

**UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID**  
**FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS**



**TESIS DOCTORAL**

**Contribución al estudio de menas dobles de uranio-cobre**

MEMORIA PARA OPTAR AL GRADO DE DOCTOR  
PRESENTADA POR

**José Josa García**

DIRECTOR:

**Luis Gutiérrez Jodra**

**Madrid, 2015**

UNIVERSIDAD COMPLUTENSE

FACULTAD DE CIENCIAS QUIMICAS  
MADRID



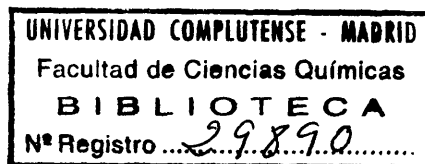
UNIVERSIDAD COMPLUTENSE



5326702456

T<sub>1</sub>  
669.01  
JOS

CONTRIBUCION AL  
ESTUDIO DE MENAS  
DOBLES DE  
URANIO - COBRE



b 16496437  
i 38097370

MEMORIA

QUE PARA OPTAR AL GRADO DE DOCTOR EN  
CIENCIAS QUIMICAS PRESENTA

D. JOSE MARIA JOSA GARCIA

MADRID  
MAYO 1976

Este trabajo se ha realizado en los laboratorios de la Junta de Energía Nuclear a cuyo Presidente agradezco el permiso para su presentación. También estoy agradecido al Dr. D. Francisco Pascual, Director General de la J.E.N. cuyo estímulo y aliento han sido definitivos para su terminación.

El trabajo ha sido dirigido por el Prof. Dr. Gu-tierrez Jodra, a quien expreso mi sincero agradecimiento por esta dirección y por haberme iniciado en la investigación hidrometalúrgica hace 22 años.

Mi agradecimiento es también para el Prof. Dr. Otero de la Gándara, Dr. Gasó, Dr. Uriarte y Dr. Rodríguez, así como para los compañeros y colegas de la División de Materiales de la J.E.N. que me ayudaron y alentaron durante las in-vestigaciones.

Por último quiero recordar agradecido a quienes co-rrieron con la parte más ingrata. Sin Julita, Carlos, Gabino y todos a quienes representan, no se hubiese materializado este trabajo.

Madrid, 26 de Mayo de 1.976

**A    MARIBEL**

||



**INDICE**

# I N D I C E

|  | Pág. |
|--|------|
| 1. INTRODUCCION.   | 1    |
| 1.1. Hidrometalúrgia.                                      | 1    |
| 1.2. Metalúrgia extractiva del uranio.                     | 3    |
| 1.2.1. Menas uraníferas.                                   | 3    |
| 1.2.2. Posibilidades de beneficio de las menas uraníferas. | 5    |
| 1.2.2.1. Concentración física.                             | 5    |
| 1.2.2.2. Hidrometalúrgia.                                  | 7    |
| 1.2.2.3. Operaciones preparatorias a la lixiviación.       | 7    |
| 1.2.3. Introducción a la hidrometalúrgia del uranio.       | 7    |
| 1.2.3.1. Lixiviación.                                      | 8    |
| a) Lixiviación alcalina.                                   | 9    |
| b) Lixiviación ácida.                                      | 9    |
| c) Realización práctica.                                   | 15   |
| 1.2.3.2. Separación sólido-líquido.                        | 16   |
| a) Flocculantes.   | 17   |
| b) Filtración.   | 18   |
| c) Decantación en contracorriente.                         | 18   |
| 1.2.3.3. Recuperación del uranio de los líquidos.          | 18   |
| a) Precipitación directa.                                  | 19   |
| b) Cambio de ión con resinas sólidas.                      | 20   |
| c) Extracción con disolventes.                             | 24   |
| 1.2.3.4. Operaciones auxiliares.                           | 28   |
| a) Efluentes.  | 28   |
| b) Subproductos.   | 29   |
| 1.2.3.5. Recuperación de cobre.                            | 29   |
| 1.3. Plan general del estudio.                             | 31   |

.../...

|   |    |
|---|----|
| 2. MINERAL.   | 32 |
| 2.1. Ambiente geológico.                              | 32 |
| 2.1.1. Situación del yacimiento.                      | 32 |
| 2.1.2. Geología regional.                             | 32 |
| 2.1.3. Características del yacimiento La Virgen.      | 34 |
| 2.2. Rocas encajantes.                                | 36 |
| 2.2.1. La granodiorita.                               | 36 |
| 2.2.2. La cuarzdiorita.                               | 37 |
| 2.2.3. La cuarzomonzonita.                            | 38 |
| 2.2.4. Las porfiritas andesíticas.                    | 39 |
| 2.3. Las deformaciones tectónicas.                    | 39 |
| 2.4. Transformaciones de las rocas encajantes.        | 39 |
| 2.4.1. Sericitización.                                | 40 |
| 2.4.2. Cloritización.                                 | 40 |
| 2.4.3. La silicificación y hematización.              | 40 |
| 2.4.4. Arcillación.                                   | 41 |
| 2.4.5. Meteorización.                                 | 41 |
| 2.5. La mineralización y las gangas.                  | 41 |
| 2.5.1. Minerales hipogénicos.                         | 42 |
| 2.5.2. Minerales supergénicos.                        | 44 |
| 2.5.3. Caracteres metalogénicos.                      | 47 |
| 2.6. Muestras.  | 48 |
| 2.6.1. Origen.  | 48 |
| 2.6.2. Análisis químico.                              | 48 |
| 2.6.3. Análisis mineralógico.                         | 50 |
| 2.6.4. Apreciaciones previas para el tratamiento.     | 52 |
| 3. TECNICAS EXPERIMENTALES.                           | 53 |
| 3.1. Preparación del mineral.                         | 53 |
| 3.1.1. Muestras recibidas.                            | 53 |
| 3.1.2. Muestreo.                                      | 53 |
| 3.1.3. Preparación final para ensayos de laboratorio. | 56 |
| 3.1.4. Preparación para ensayos en planta piloto.     | 59 |
| 3.2. Técnicas de laboratorio.                         | 59 |
| 3.2.1. Ensayos de molienda y tamizado.                | 60 |
| 3.2.2. Sedimentación y espesamiento.                  | 64 |
| 3.2.3. Lixiviación.                                   | 71 |
| 3.2.4. Cambio de ión.                                 | 74 |
| 3.2.5. Cementación.                                   | 77 |
| 3.2.6. Flotación.                                     | 78 |

|   |     |
|---|-----|
| 3.3. Planta piloto.   | 84  |
| 3.3.1. Diagrama general.  | 84  |
| 3.3.2. Molienda y espesamiento neutro.  | 87  |
| 3.3.3. Lixiviación.   | 91  |
| 3.3.4. Lavado por decantación en contracorriente.                                   | 92  |
| 3.3.5. Ajuste de pH, cambio de ión y precipitación.                                 | 95  |
| 3.3.6. Cementación.   | 98  |
| 3.3.7. Flotación.   | 100 |
| 3.4. Control analítico.   | 104 |
| 3.4.1. General.   | 104 |
| 3.4.2. Medidas físicas.   | 104 |
| 3.4.3. Análisis de uranio.  | 105 |
| 3.4.4. Análisis de hierro.  | 105 |
| 3.4.5. Determinación de cobre.  | 108 |
| 3.4.6. Análisis de fosfatos.  | 107 |
| 3.4.7. Análisis de sulfatos.  | 107 |
| 3.4.8. Medidas de acidez libre.   | 107 |
| 3.5. Diseño y análisis de experiencias.   | 108 |
| 3.5.1. Planteos clásicos y estadísticos.  | 108 |
| 3.5.2. Comparación de medias y análisis de la varianza.                             | 111 |
| 3.5.3. Diseños factoriales.   | 113 |
| 3.5.4. Correlación regresión y ajuste de rectas.                                    | 116 |
| 4. DIAGRAMAS POSIBLES.  | 120 |
| 4.1. Objetivos.   | 120 |
| 4.2. Tostación del mineral todo uno.  | 123 |
| 4.3. Flotación previa.  | 124 |
| 4.4. Lixiviación directa del mineral.   | 125 |
| 4.5. Discusión.   | 126 |
| 5. ESTUDIO DE LA FLOTACION PREVIA DEL MINERAL Y DE LA LIXIVIACION DE SUS PRODUCTOS. | 127 |
| 5.1. Ensayos previos de flotación.  | 127 |
| 5.1.1. Variables.   | 127 |
| 5.1.2. Resultados.  | 128 |
| 5.2. Estudio factorial de la flotación.   | 132 |
| 5.2.1. Variables.   | 132 |
| 5.2.2. Resultados.  | 133 |
| 5.2.3. Comparación de los dos planteos.   | 137 |

|   |         |
|---|---------|
| 5.3. Ensayos continuos.   | 137     |
| 5.4. Lixiviación de los estériles de flotación.                                     | 138     |
| 5.5. Tostación y ataque de los concentrados.  | 139     |
| 5.6. Lixiviación de la mezala de estériles de flotación y de concentrados tostados. | 144     |
| 5.7. Comparación de planteos y resumen del diagrama.                                | 145     |
| <br>6. ESTUDIO DEL DIAGRAMA DE LIXIVIACION DIRECTA.                                 | <br>147 |
| 6.1. Molienda.  | 147     |
| 6.1.1. Consumo de cal.  | 147     |
| 6.1.2. Características de molienda.   | 147     |
| 6.1.3. Influencia del tipo de molino en la molienda discontinua.                    | 152     |
| 6.1.4. Molienda abierta y ciclica.  | 154     |
| 6.2. Espesamiento neutro.   | 155     |
| 6.3. Lixiviación.   | 158     |
| 6.3.1. Ensayos previos de tanteo.   | 158     |
| 6.3.2. Influencia de las variables principales.                                     | 164     |
| 6.3.3. Comparación de los diagramas A y B.  | 175     |
| 6.4. Decantación ácida.   | 178     |
| 6.5. Recuperación del uranio de los líquidos.                                       | 183     |
| 6.5.1. Cambio de ión.   | 184     |
| 6.5.2. Precipitación.   | 188     |
| 6.5.3. Resumen.   | 189     |
| 6.6. Recuperación del cobre de los líquidos.  | 190     |
| 6.7. Recuperación del cobre de los estériles sólidos.                               | 194     |
| 6.7.1. Flotación del cobre de los residuos globales.                                | 194     |
| 6.7.2. Flotación de arenas.   | 199     |
| 6.7.3. Flotación de lamas.  | 202     |
| 6.7.4. Comparación de la flotación global y la operación fraccionada.               | 207     |
| 6.7.5. Refino de los concentrados de desbaste.                                      | 208     |
| 6.7.6. Comportamiento físico de los concentrados de flotación.                      | 213     |
| 6.7.7. Resumen sobre la flotación de residuos.                                      | 214     |

.../...

|   |     |
|---|-----|
| 7. ESTUDIOS EN PLANTA PILOTO.                                 | 218 |
| 7.1. Degradación de tamaño.                                   | 218 |
| 7.1.1. Trituración.   | 218 |
| 7.1.2. Molienda.  | 219 |
| 7.1.3. Comparación con el laboratorio.                        | 223 |
| 7.2. Espesamiento neutro.                                     | 224 |
| 7.3. Lixiviación.   | 225 |
| 7.3.1. Influencia de las diferentes variables.                | 226 |
| 7.3.2. Degradación de tamaño.                                 | 230 |
| 7.3.3. Distribución de uranio y cobre.                        | 230 |
| 7.4. Lavado por decantación en contracorriente.               | 234 |
| 7.4.1. Objetivos y condiciones.                               | 234 |
| 7.4.2. Resultados.  | 236 |
| 7.4.3. Resumen y comparación con ensayos de laboratorio.      | 239 |
| 7.5. Recuperación del uranio de los líquidos.                 | 240 |
| 7.5.1. Ajuste de pH y clarificación.                          | 240 |
| 7.5.2. Cambio de ión.   | 241 |
| 7.5.3. Precipitación.   | 243 |
| 7.5.4. Resumen y comparación con los ensayos de laboratorio.  | 243 |
| 7.6. Recuperación del cobre de los líquidos.                  | 246 |
| 7.6.1. Ensayos con agitación.                                 | 246 |
| 7.6.2. Operación por canaleo.                                 | 249 |
| 7.6.3. Características físicas del cemento de cobre.          | 253 |
| 7.6.4. Resumen y comparación con el laboratorio.              | 253 |
| 7.7. Recuperación del cobre de los estériles sólidos.         | 254 |
| 7.7.1. Condiciones de trabajo y circuitos.                    | 254 |
| 7.7.2. Estudio de la variabilidad del sistema.                | 255 |
| 7.7.3. Influencia de las diferentes variables.                | 259 |
| 7.7.3.1. Estudio factorial con el pH, colector y tiempo.      | 259 |
| 7.7.3.2. Influencia de la concentración en sólidos.           | 260 |
| 7.7.3.3. Influencia del envejecimiento de los residuos.       | 263 |
| 7.7.4. Análisis de un circuito típico.                        | 264 |
| 7.7.5. Resumen y comparación con la flotación de laboratorio. | 266 |
| 8. RESUMEN GENERAL Y CONCLUSIONES.                            | 267 |
| 9. BIBLIOGRAFIA.  | 270 |

## CAPITULO I

### INTRODUCCION

## 1. INTRODUCCION.

En este capítulo se considera el problema de la metalurgia extractiva por vía húmeda y en especial la hidrometalurgia del uranio. Por último se indican las líneas generales por las que se desarrolla la investigación y se justifica su estudio.

### 1.1. Hidrometalurgia.

Burkin (1) considera como procesos hidrometalúrgicos a los relacionados con la producción de metales u otras sustancias inorgánicas a partir de los minerales, y en los que al menos alguna de las reacciones que se producen durante el diagrama total tiene lugar en fase acuosa. La hidrometalurgia ha logrado un gran desarrollo en los últimos años, extendiéndose cada vez más su aplicación, no solo en el tratamiento de las menas para las que inicialmente se desarrolló, sino también en el beneficio de otras que con anterioridad se trataban casi exclusivamente por otros métodos. De los factores que han contribuido a esta evolución se pueden resaltar como más importantes :

a) El gran avance de la tecnología debido al impulso proporcionado por la necesidad del beneficio de los minerales de uranio, por razones estratégicas, fundamentalmente en la década siguiente a la segunda guerra mundial.

b) La aparición de los floculantes sintéticos, hacia 1.954, que facilitó las operaciones de separación sólido-líquido.

c) La aplicación del cambio de ión y de la extracción con disolventes, que permiten la concentración, así como la purificación simultánea de las soluciones.

d) La legislación sobre el control de la contaminación ambiental.

e) La necesidad de tratar cada vez minerales de la ley más baja, que dan resultados pobres en la concentración física.

Los tratamientos hidrometalúrgicos, especialmente de las menas de baja ley, pueden comprender las etapas (2) de :

- Preparación del mineral extraído de las minas con vistas a la lixiviación. Para ello se recurre :



a la molienda,

a la concentración física del componente interesante o a la eliminación de elementos o impurezas perjudiciales,

a la tostación, y/o

a tratamientos químicos especiales que faciliten la solubilización, durante la lixiviación, de los elementos o componentes de valor, o eviten el consumo ~~excesivo~~ de los reactivos de lixiviación.

- Lixiviación, operación en la que se trata de disolver selectivamente el elemento de interés.

- Separación entre los líquidos fértiles resultantes de la lixiviación y los sólidos estériles. Para ello se recurre a la sedimentación, al espesamiento, a la filtración, al lavado y/o a la clarificación.

- Recuperación de los componentes de valor existentes en los líquidos de lixiviación. Los métodos disponibles son : el cambio de ión, la extracción con disolventes, la precipitación en formas muy diversas, o una combinación de todos ellos.

- En algunos casos se tiene también el reciclado a lixiviación de las soluciones agotadas.

Quando se tiene una masa mineralizada y se pretende su beneficio hidrometalúrgico, o de otro tipo, hay que establecer un diagrama de flujo. Combinando operaciones diferentes se llegará a obtener un producto comercial de pureza adecuada y con una economía óptima. La resolución del problema se puede abordar, bien por una investigación a fondo, tratando de dilucidar todas las causas, cinética de los procesos, etc.; o bien por un programa experimental, basado en la información disponible sobre materiales similares. Hay que tener siempre en cuenta que cada mena es un individuo particular que goza de las características generales del grupo pero con sus peculiaridades propias. Por otra parte es un ser "vivo" pues en la mayoría de los casos sus características van variando a lo largo de la vida de la explotación. Por ello el diagrama debe ser lo suficiente flexible para absorber estas posibles variaciones.

En el planteamiento del estudio o investigación hay que considerar cuidadosamente las diferentes operaciones del diagrama. Su flexibilidad para

responder a necesidades futuras, su incidencia sobre los resultados, sobre la inversión y/o sobre los gastos de operación. De acuerdo con estas consideraciones se seleccionarán las operaciones o factores a los que hay que dedicar mayor esfuerzo. A título ilustrativo se puede decir que en la mayoría de los casos la lixiviación es una etapa clave pues fija el rendimiento máximo alcanzable y participa de una gran proporción de los gastos de operación, reactivos.

## 1.2. Metalurgia extractiva del uranio.

El uranio se presenta en sus minerales en concentraciones muy bajas. Las menas actualmente en explotación en el mundo tienen leyes comprendidas entre el 0,02 %  $U_3O_8$  (3) y el 0,3 %  $U_3O_8$  (4). En ambos casos la ganga acompañante ejerce una influencia decisiva en el tratamiento. A partir de los minerales se extrae un concentrado comercial (75 - 95 %  $U_3O_8$ ) (5) que posteriormente se purifica y transforma (6) para obtener uranio metal o dióxido de uranio que son las formas en las que se utiliza en las centrales nucleares. Limitando el alcance de esta investigación, se considera el estudio de la metalurgia extractiva del uranio solo en las operaciones que conducen a la obtención de un concentrado comercial.

### 1.2.1. Menas uraníferas.

El uranio entra a formar parte de más de 100 especies mineralógicas (7), aunque desde el punto de vista práctico únicamente se pueden considerar unas 10. Químicamente los minerales de uranio se pueden clasificar en cinco grupos distintos :

Oxidos simples, silicatos simples, óxidos múltiples, óxidos hidratados y sales de uranilo hidratadas.

Más interesante que esta clasificación sería otra basada en el comportamiento metalúrgico durante el proceso de tratamiento y que depende del mineral de uranio en sí, con su respuesta a la lixiviación, y de las asociaciones de los minerales de uranio y de la ganga con respuestas variables a las diferentes operaciones implicadas en el tratamiento. Desde este punto de vista los tipos fundamentales son (8) :

a) Menas que contienen el uranio en forma tetravalente. Se presentan

en la mayoría de los yacimientos. Las especies más importantes son la uraninita o peblenda y la cohenita. Para la solubilización del uranio requieren oxidante.

b) Menas que contienen el uranio en forma hexavalente. Junto con los anteriores son las de mayor interés económico. Generalmente son productos de transformación o de formación secundaria. Existen más de 50 especies aunque como más importantes se pueden considerar la carnotita, la tyuyamunita, la torbenita y la autunita. Las dos primeras son frecuentes en Estados Unidos, la tyuyamunita suele ir asociada a menas calizas. La torbenita y autunita son frecuentes en España, especialmente en minerales graníticos que tienen apatito (9, 10). Estos tipos de minerales se disuelven relativamente bien en soluciones ácidas o de carbonatos alcalinos.

c) Minerales refractarios. Están formados por óxidos mixtos. Se presentan en las pegmatitas o en placeres formados por alteración de las mismas. Presentan una gran resistencia al ataque y únicamente se pueden solubilizar empleando condiciones muy drásticas (concentraciones altas de ácido y temperaturas elevadas). En España se han presentado en raras ocasiones (11, 12).

d) Asociaciones de uranio y carbón. Son esencialmente de dos tipos, una de minerales discretos de uranio con la materia fósil carbonosa y otra como complejos orgánicos de uranio. Se presentan en muchos yacimientos pero especialmente en los lignitos radiactivos (13) y en las pizarras negras. Su aprovechamiento actual es limitado pero existen buenas perspectivas para el futuro. La presencia de materia orgánica exige un diagrama complicado.

e) Fosfatos. El uranio se presenta como trazas en los minerales de fosfatos. Su presencia se debe a la sustitución del calcio por el uranio hexavalente. En el proceso de obtención de ácido fosfórico para fertilizantes el uranio se solubiliza y se puede recuperar del ácido clarificado (14). Este origen aportará en el futuro una cantidad importante de uranio a las necesidades mundiales.

En la consideración de los minerales de uranio y sus procesos de tratamiento hay que tener en cuenta también la incidencia debida a los minerales de la ganga y de la roca madre encajante. De especial significado puede ser la presencia de calizas o carbonatos neutralizadores de ácido, de sulfuros perjudiciales en los procesos alcalinos, de arcillas consumidoras de

reactivos y origen de problemas en la separación sólido-líquido, de fosfatos (15) que dificultan la lixiviación y las operaciones de recuperación (16). También interesa señalar la presencia de elementos valiosos, molibdeno (17), vanadio (18), cobre (19 á 22), oro (23), que son subproductos del tratamiento.

#### 1.2.2. Posibilidades de beneficio de las menas uraníferas.

La mayoría de los yacimientos de uranio no son adecuados para su beneficio por los métodos de concentración física actualmente existentes, y por esta razón la mayoría de las menas van directamente a la lixiviación. En la figura 1 se indican las principales posibilidades. A continuación se discute ligeramente la concentración física y las operaciones preparatorias y, más cuidadosamente, las operaciones implicadas en el proceso hidrometalúrgico.

##### 1.2.2.1. Concentración física.

Las metas perseguidas en su aplicación han sido :

a) Obtener un producto de calidad suficiente para pasar directamente a la planta de refino (24).

b) Preconcentrar la mena antes de otro tratamiento, con el fin de reducir los costes de transporte (25) y aumentar las leyes de los productos a tratar con el consiguiente aumento de la capacidad de la planta, o la posibilidad de emplear condiciones de ataque más fuertes (26).

c) Eliminar elementos indeseables para el proceso de lixiviación, p.ej. carbonatos o sulfuros (27).

d) Dividir la mena en dos fracciones, con la posibilidad de aplicar a cada una un proceso diferente (28).

Aunque se ha realizado mucho trabajo experimental no se han encontrado métodos generales que produzcan concentrados de ley elevada y estériles definitivos. La dificultad procede de que los minerales de uranio son en su mayoría blandos y friables y generalmente tienden a pasar a lamas durante la trituración y molienda; además se suelen presentar muchas especies en cada yacimiento. De los caminos se puede citar :

i) estriado a mano,

ii) estriado electrónico sobre partículas individuales o sobre fracciones limitadas (29, 30, 31).

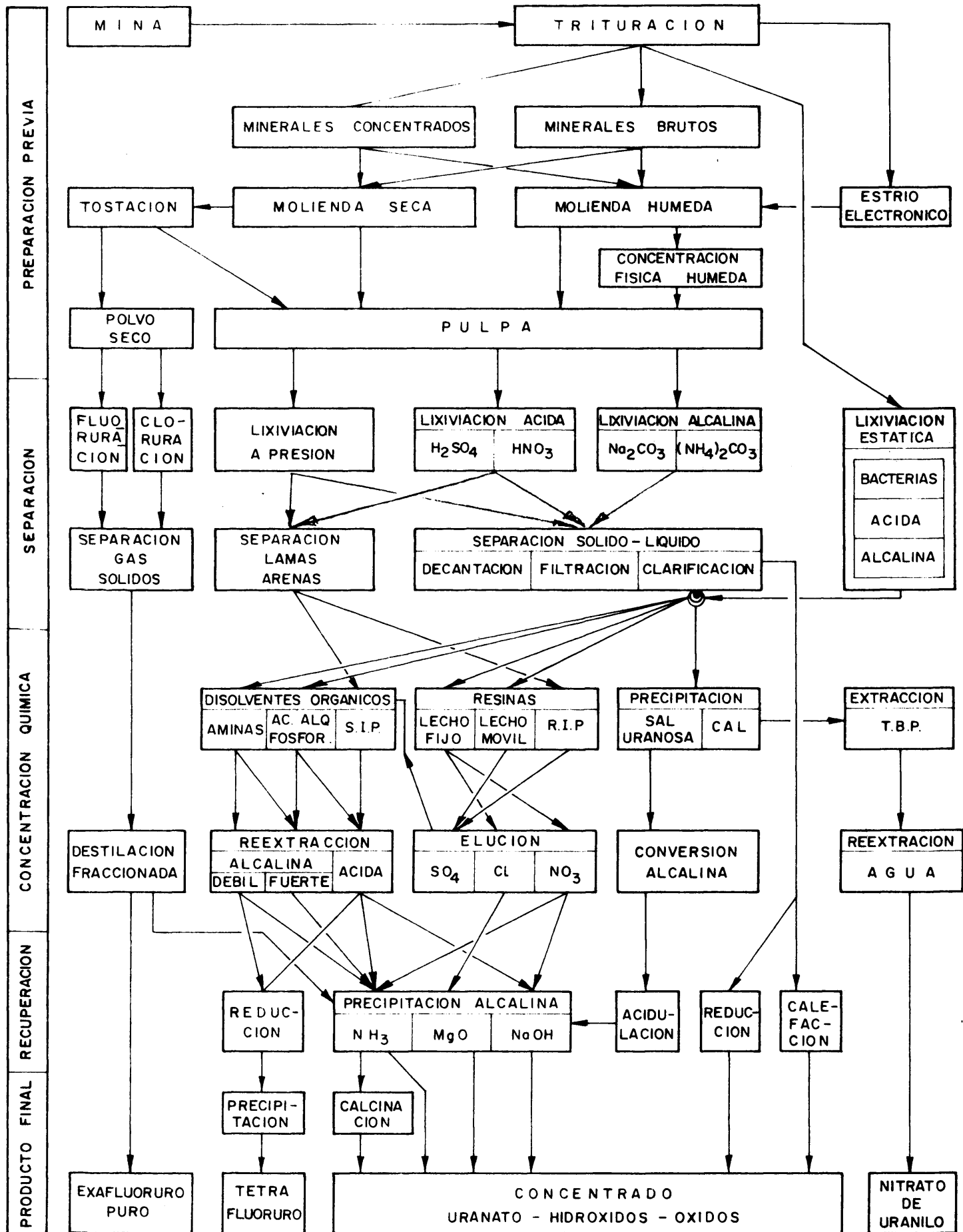


FIG. 1.—POSIBILIDADES GENERALES PARA EL BENEFICIO DE MINERALES DE URANIO.

iii) concentración por medios densos para recuperar el uranio (32) o eliminar elementos de la ganga (33).

iv) separación gravimétrica en mesas, espirales o cribas hidráulicas.

v) flotación de los minerales de uranio (34 á 37), de minerales portadores (38, 39), o de componentes de la ganga (40, 41).

vi) molienda diferencial, concentrando el mineral de uranio, existente en cemento, en los finos, y dejando una porción estéril de gruesos (42).

#### 1.2.2.2. Hidrometalúrgia.

Es el método de aplicación más general y se discute más ampliamente luego (1.2.3). Lleva implícita una etapa de disolución del uranio.

#### 1.2.2.3. Operaciones preparatorias a la lixiviación.

Aparte de cualquier operación eventual de concentración física, las menas de uranio tienen que someterse a una preparación adecuada para hacer accesible el mineral de uranio a los líquidos lixiviantes. En la mayoría de los casos esto se logra por operaciones de reducción de tamaño a través de trituración y molienda. A diferencia de la concentración física no es necesario llegar a la liberación completa; en la mayoría de los casos son exigencias de tipo físico (manejo del material) o cinético los que determinan el grado de molienda; un caso extremo es el de los minerales de baja ley en que la trituración se limita al mínimo (43). Las operaciones de reducción de tamaño son completamente convencionales y en la mayoría de los casos se realizan por vía húmeda.

Otra operación de preparación que puede presentarse es la tostación, bien para eliminar algún componente (carbón, sulfuros, (44) ), bien para mejorar las características de sedimentación o filtración (minerales arcillosos, (45) ), bien para aumentar la porosidad del mineral (pizarras o limonitas, (46-47) ) o para formar compuestos solubles de uranio con algún elemento presente en la mena o agregado intencionadamente (48). Sin embargo, la tostación o calcinación no se puede aplicar de forma indiscriminada pues puede originar especies insolubles o materiales de peores características que los iniciales (49).

#### 1.2.3. Introducción a la hidrometalúrgia del uranio.

Dentro de la línea general del proceso de beneficio y superadas las

etapas preparatorias, quedan como pasos a realizar :

- la solubilización del uranio,
- la separación de los líquidos fértiles y los sólidos estériles,
- la concentración, purificación y recuperación del uranio existentes en los líquidos, y
- las operaciones auxiliares como pueden ser la eliminación de efluentes y la recuperación de subproductos.

Los aspectos más sobresalientes de estas operaciones son :

#### 1.2.3.1. Lixiviación.

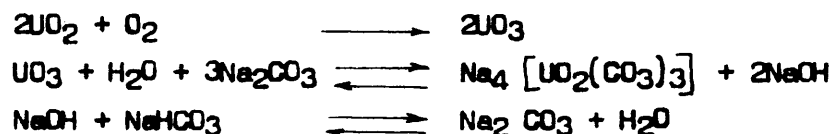
Es la etapa fundamental del proceso pues determina la recuperación alcanzable y origina la mayoría de los gastos de reactivos. En cualquier investigación el esfuerzo mayor hay que dedicarlo a la determinación de las condiciones óptimas de la misma. Los principales factores que condicionan el método a seguir son la naturaleza de los minerales de la ganga y la mineralización del uranio. La mayoría de los procesos se realizan en medio acuoso, pero también se han estudiado diagramas con disolventes orgánicos (50). Los circuitos acuosos pueden ser de dos tipos : ácidos o alcalinos. Las menas silíceas se tratan siempre en medio ácido mientras que las que son ricas en cal lo suelen ser por el método alcalino. La elección del método depende de :

- la eficacia de la operación, en general el método ácido da recuperaciones más altas.
- la inversión, las plantas ácidas requieren material anticorrosivo.
- el coste y disponibilidad de reactivos.
- la posibilidad de que los líquidos se puedan regenerar y usar de nuevo en ataque (ataque alcalino).
- las características físicas de las pulpas resultantes de ataque y su facilidad de separación.
- la selectividad del ataque (alta en el proceso alcalino y baja en el ácido).
- la naturaleza de los líquidos fértiles resultantes y su relación con su posible aplicación posterior (precipitación en los procesos alcalinos y cambio de ión o extracción en medios ácidos).

- las exigencias para el vertido de efluentes.
- la solubilización de otros minerales valiosos que acompañen al uranio (p.ej.: oro o vanadio), ó
- la recuperación del uranio como subproducto en el proceso de otro material, p.ej. en la industria de fertilizantes o del cobre.

#### a) Lixiviación alcalina.

Se realiza en soluciones de carbonato-bicarbonato alcalino (51-53). El uranio tiene que estar en forma hexavalente o hay que oxidarlo durante el proceso mediante oxidantes o aire (54-58). Las reacciones de oxidación-disolución se pueden expresar como :



Como reacciones secundarias perjudiciales se pueden citar las consumidoras de reactivos por el yeso, los sulfuros, o la sílice. El proceso requiere molienda fina, temperaturas altas, a veces incluso presión (59, 60) y tiempos largos. Existen realizaciones industriales de este proceso pero no se discutirá con mayor detalle pues no se ha considerado en esta investigación por la gran presencia de sulfuros en el mineral.

#### b) Lixiviación ácida.

Es de aplicación más general. Los minerales de uranio hexavalentes son fácilmente solubles en ácido diluido. Sin embargo los minerales de uranio tetravalentes son más difíciles de disolver y requieren ácidos concentrados o una combinación de ácido diluido y oxidante (el aire no es adecuado a menos que se trabaje a temperatura y presión elevada). Entre los factores que más influyen en el proceso (61) están los que se indican luego. Las tendencias en las respuestas se recogen de forma general en la figura 2.

1) Las características del mineral. Como ya se ha indicado repetidamente hay que considerarlos en el doble aspecto de los componentes de uranio y de la ganga. Por lo que respecta a las especies uraníferas la única limitación es la de los minerales u óxidos complejos, p.ej. brannerita o davidita que requieren condiciones muy drásticas (26). Por lo que se refiere a la ganga hay que considerar la presencia de las calizas, carbonatos y de algunas arcillas que consumen ácido y que pueden suponer un consumo tan grande de reactivos que exijan el proceso alcalino o una separación previa de los ele



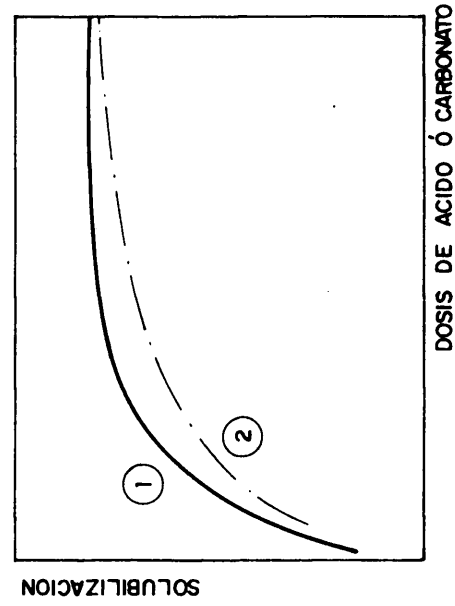
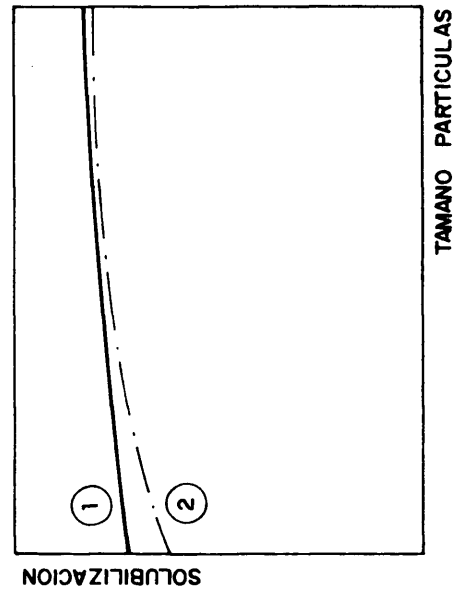
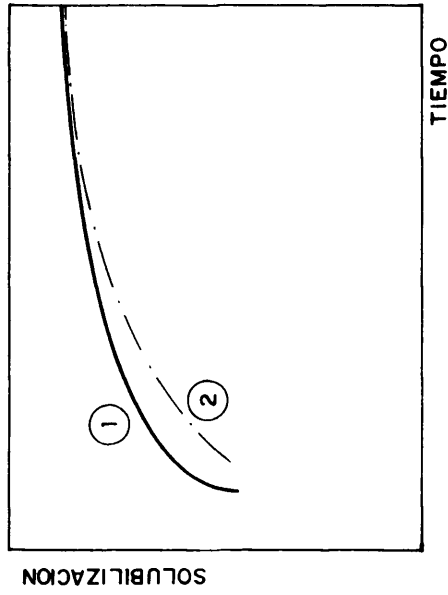
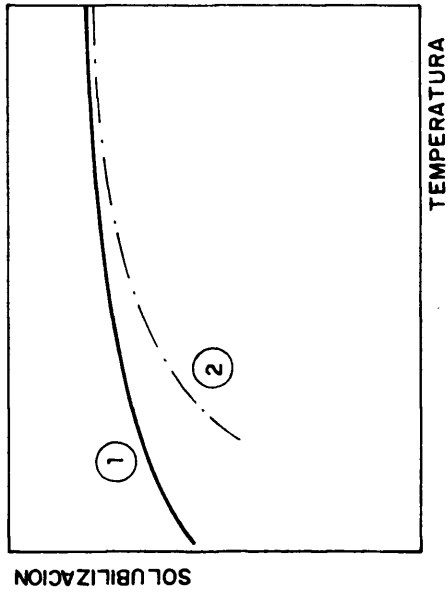
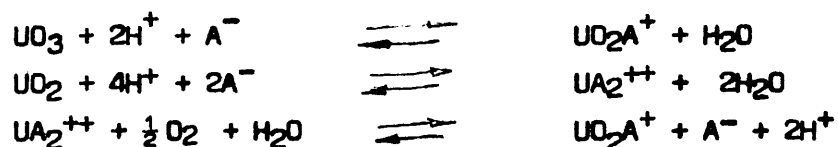


FIG. 2.— RESPUESTAS GENERALES EN LIXIVIACION ACIDA ① Y ALCALINA ②

mentos perturbadores (27, 28, 32, 62).

ii) Grado de molienda. Como se ha dicho antes, únicamente hace falta que el mineral a disolver sea accesible al líquido de ataque. Sin embargo, por tratarse de una reacción en que intervienen sólidos, su velocidad estará influenciada por la superficie del sólido y cuanto mayor sea ésta, o lo que es lo mismo, más fina sea la molienda, mayor será la velocidad de reacción. No obstante, por debajo de una determinada granulometría no se tiene prácticamente influencia en la disolución del uranio y en cambio hay mayor ataque de la ganga, mayores gastos de reactivos, líquidos más impuros, mayor coste de molienda y dificultades crecientes para la separación de sólidos y líquidos. En general, las granulometrias más utilizadas están comprendidas entre -28 y -48-mallas (63-64) compatibles con el tipo de agitación y con unas características reológicas de la pulpa adecuadas para su manejo.

iii) Concentración de ácido. Las reacciones de disolución del uranio pueden expresarse según el siguiente esquema (65) :



De acuerdo con las dos primeras las concentraciones elevadas de ácido favorecen la disolución pero, si hay minerales de uranio tetravalentes, la oxidación puede ser perjudicada por concentraciones de ácido altas.

Por otra parte, hay que considerar que existen una serie de minerales de la ganga, que inevitablemente se atacan en alguna extensión dando lugar a un consumo de ácido. Así ocurre, p.ej., con los carbonatos y algunas arcillas, sulfuros, óxidos, fosfatos, etc. Evidentemente la extensión del ataque de estos minerales será mayor cuanto más elevada sea la acidez de la solución lixiviante. Este ataque de los minerales de la ganga produce, además del gasto de ácido, una impurificación de la solución que puede, en algunos casos, complicar las etapas posteriores de recuperación del uranio.

Hay que buscar, por consiguiente, una solución de compromiso. La experiencia ha mostrado (66) que son adecuadas concentraciones de 3 á 7 g  $\text{H}_2\text{SO}_4$ /l (se refiere al ácido sulfúrico por ser casi universalmente utilizado en la lixiviación ácida). La dosis añadida debe ser suficiente para que, una vez ter

minada la lixiviación, y habida cuenta el consumo que tiene lugar por los minerales de la ganga, la acidez sea suficiente para que no se produzca la precipitación del uranio. El valor de esta acidez final depende de los aniones presentes, así cuando hay arseniatos el pH de precipitación oscila de 1,1 á 1,5 y con fosfatos de 1,9 á 2,7 (67, 68).

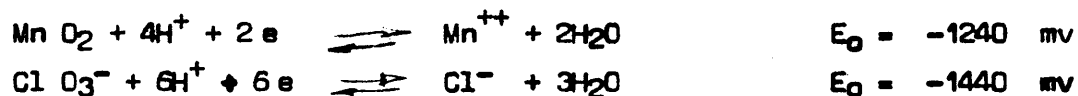
El consumo de ácido es, por consiguiente, muy específico en cada mineral, dependiendo casi exclusivamente de la ganga acompañante. Los consumos normales de ácido sulfúrico oscilan entre 25 kg/t y 100 kg/t (8), si bien hay casos en los que llega a consumirse dosis mucho mayores, (68).

iv) Oxidante. Se ha dicho con anterioridad que cuando los minerales llevan el uranio en forma tetravalente es necesaria la presencia de un oxidante que lo pase a exavalente para que resulten solubles en soluciones diluidas de ácidos minerales. La reacción :



tiene un potencial normal  $E = -410$  mv y muestra que valores altos de la acidez retrasarán la oxidación desplazando el equilibrio hacia la izquierda.

Se ha realizado una gran cantidad de trabajo experimental tanto desde el punto de vista del mecanismo (69, 70), como sobre la aplicación práctica (71, 72). Industrialmente los oxidantes más utilizados son la manganesea y el clorato sódico, cuyos potenciales normales, frente al calomelanos, son :



Sin embargo, a pesar de estos potenciales normales muy superiores al del uranio, ambos reactivos se muestran ineficaces en la oxidación directa del uranio tetra- a exavalente y es necesaria la presencia de iones férricos que actúen como transportadores (66, 73). El potencial normal del par férrico-ferroso es de -770 mv y, por tanto, el hierro férrico es un buen oxidante del uranio. No obstante, si no hay otro oxidante, el hierro ferroso formado hace disminuir el potencial de oxidación que puede llegar a valores en los que sea ineficaz. Por esta razón cuando hay que oxidar el uranio al estado exavalente conviene agregar un oxidante que pase de nuevo al ferroso a férrico que actúa así como transportador.

La experiencia (66) ha demostrado que es suficiente la presencia en el líquido de lixiviación de 0,5 á 3,0 g/l de hierro para que tenga lugar sin dificultad la oxidación del uranio. El consumo de hierro en la molien- da del mineral, suministra, en la mayoría de los casos, una concentración su- ficiente; por otra parte, el ataque de los minerales de la ganga puede in- troducir hierro en la solución. Si estas fuentes no aportan el hierro nece- sario se agrega una sal, generalmente el sulfato ferroso. La presencia de aniones que forman complejos con el ión férrico, como arseniatos, fosfatos o fluoruros, por citar algunos que pueden proceder de la ganga, hace que sean necesarias cantidades mayores de iones férricos para mantener la con- centración antes citada.

Para evitar un consumo excesivo de oxidante, este se suele añadir (74) transcurrido un tiempo después de la adición del ácido, pues al agregar éste se ataca el hierro de molienda desprendiéndose hidrógeno naciente que, caso de encontrar condiciones de oxidación, reaccionaría consumiendo oxidante y el ácido correspondiente.

v) Temperatura. La solubilización del uranio aumenta su velocidad con la temperatura. El efecto es más pronunciado en la disolución de minera- les con uranio tetravalente que en aquellos en que se encuentra como exava- lente debido, posiblemente, a que la reacción controlante sea la de oxida- ción del uranio. A pesar del aumento en la velocidad de disolución del ura- nio hay que tener en cuenta que la elevación de temperatura dá lugar a una mayor extensión en el ataque de la ganga, lo que origina siempre mayores con- sumos de ácido y, eventualmente, de oxidante, impurificando además la solu- ción.

El efecto de esta variable hay que considerarlo íntimamente ligado con el tiempo, si bien hay especies mineralógicas de uranio, como p.ej., la devi- dita (26), que necesitan temperaturas altas, por encima de los 60 °C, para conseguir su disolución. Como se ve la temperatura de lixiviación va íntima- mente ligada con las especies de uranio presentes y con el tipo de ganga acom- pañante. El intervalo de temperatura en el que se realizan la mayoría de las operaciones industriales, oscila entre 20 °C y 60 °C.

vi) Duración de la lixiviación. Esta variable está íntimamente rela- cionada, como ya se ha indicado, con las demás condiciones de ataque, funda- mentalmente la temperatura y la concentración de ácido con las que, en gene-

ral, tiene efectos que se compensan. Basados en este efecto existen dos tendencias en el beneficio de los minerales de uranio(75-76) una que utiliza condiciones de ataque fuertes (dosis altas de ácido y temperaturas elevadas) con tiempo cortos, y otra que realiza una lixiviación más prolongada en condiciones más suaves. La elección de las condiciones más adecuadas depende, por una parte de las características del mineral a tratar y por otra del tipo de instalación.

vii) Relación de líquido a sólido de la pulpa. Evidentemente, para una determinada dosis de ácido, la concentración de éste será tanto mayor cuanto menor sea la relación de líquido a sólido de la pulpa, lo que favorecerá la solubilización del uranio. Por otra parte, al ser menor dicha relación disminuye el volumen a tratar y por consiguiente también el tamaño del equipo necesario. Existen sin embargo, límites prácticos impuestos por la manipulación de las suspensiones (agitación y transporte). Las diluciones empleadas en la práctica varían dependiendo del mineral, grado de molienda y tipo de agitación. Las relaciones utilizadas más empliamente (64) corresponden a concentraciones de sólidos comprendidos entre 50 y 55 % p/p, pero con menos de un elevado contenido en arcillas puede ser necesario emplear concentraciones de sólidos del 40 % p/p, mientras que con pulpas de baja viscosidad puede llegarse hasta el 65 % p/p.

viii) Agitación. Esta variable ejerce muy poca influencia sobre la lixiviación del uranio pudiendo ser la mínima suficiente para mantener los sólidos en suspensión.

En la lixiviación, como en toda reacción de un compuesto disuelto sobre la superficie de un sólido, tienen lugar las etapas siguientes :

- Transporte de los reactantes (ácido y oxidante en este caso) a la superficie líquido/sólido, con penetración incluso por los poros del sólido.
- Adsorción de éstos sobre la superficie del sólido
- Reacción, en este caso solubilización del uranio
- Desorción de los productos de la reacción
- Transporte de estos últimos a la solución

Estos pasos son sucesivos y, por consiguiente, en estado estacionario la velocidad será la fijada por el paso más lento. A las temperaturas en que normalmente tiene lugar la lixiviación del uranio, el paso controlante es la reacción en la superficie, concretamente la oxidación. Puesto que la agitación no tiene efecto alguno sobre esta etapa, es de esperar, como así

sucede realmente, que su acción sobre la lixiviación sea despreciable. En algunos casos se ha observado una mayor solubilización con agitaciones intensas, pero este fenómeno ha sido debido a la degradación de tamaño originada en la agitación (77 79).

### c) Realización práctica.

En lo que precede se han considerado las variables en su sentido más amplio y tal como están implicadas en una operación de lixiviación con agitación a presión normal. Esta forma de trabajo es la más extendida en las realizaciones industriales. El equipo utilizado es de tres tipos : uno con agitación neumática (78), otro con agitación mecánica intensa, y otro intermedio que participa de una agitación mecánica suave y de una circulación neumática adicional de la pulpa. La elección del equipo se basa en las características del mineral (grueso o fino), del control de la adición de reactivos (79), de facilidades de mantenimiento (80) y de economía de inversión y operación.

Normalmente se trabaja en marcha continua por las ventajas que presenta de menores costes de instalación, operación, mantenimiento y mejor control de las variables de operación (81). El problema del cortocircuitado de partículas se resuelve utilizando varios reactores en serie (82). Corrientemente el ataque se realiza en una sola etapa agregando el ácido u otros reactivos al comienzo o en algunos de los tanques intermedios.

En escala de laboratorio y piloto (83-84) se ha ensayado la lixiviación en contracorriente en dos etapas, una en condiciones suaves (lixiviación neutra) y otra en condiciones drásticas. Sus principales ventajas son mejorar el rendimiento, producir líquidos más puros y reducir el consumo de reactivos de lixiviación. Sin embargo su realización industrial presenta inconvenientes (85). Para disminuir el consumo de ácido se han intentado varias soluciones intermedias, p.ej. reciclado del líquido fértil al ataque en los casos de minerales que requieren una acidez final elevada (86), la combinación de la lixiviación de una mena que requiere una acidez final elevada con la de otra que admite una baja (87), o el ataque por separado de lamas y arenas con reciclado al ataque de las lamas de los líquidos resultantes del ataque de las arenas (88).

Dejando aparte otros procedimientos aplicados de forma limitada, como son : el curado ácido (89), la lixiviación a temperaturas próximas a ebullición (90) o la lixiviación a presión (91 y 92), va adquiriendo cada vez más importancia a la lixiviación estática (93-106). En ella la solución lixiviante se hace pasar a través de un lecho de mineral. Según la magnitud del líquido se puede tener inundación del lecho (percolación) o simplemente un riego y escurrido (lixiviación por capilaridad). En este último sentido es en el que va adquiriendo más aplicación pues requiere poca supervisión, es fácil de realizar y no exige estanqueidad en el recinto de lixiviación. Dentro de la lixiviación estática hay que incluir la lixiviación bacteriana en la que el agente lixivante se produce por la oxidación de los sulfuros por bacterias existentes en el medio o aportadas. El alcance de la lixiviación estática se ha limitado hasta ahora a minerales de baja ley cuyo contenido en uranio no paga los costes de una instalación o explotación convencional (lixiviación en mina) o a yacimientos pequeños cuya distancia a una fábrica de tratamiento es grande y cuyos gastos de transporte pueden ser prohibitivos.

#### 1.2.3.2. Separación sólido-líquido.

Esta operación se presenta en varias partes del diagrama de tratamiento: a continuación de la molienda húmeda, después de la lixiviación, después del lavado, para clarificar las soluciones fértiles, y en la etapa final de recuperación del concentrado de uranio. Cabe citar también el fraccionamiento de lamas y arenas con vistas a la resina en pulpa aunque no se trate en realidad de una verdadera separación sólido-líquido. De todas las operaciones anteriores la de mayor magnitud y dificultad es la que se realiza sobre las pulpas atacadas. Es de uso general (107) el empleo de floculantes que mejoren las características de las suspensiones.

El equipo utilizado es semejante al usado en la práctica hidrometalúrgica convencional, aunque con modificaciones para adaptarlo a los medios corrosivos y a una eficacia mayor en la separación (108). Los métodos de separación normales son :

- filtración en varias etapas con lavado en contracorriente
- decantación en contracorriente y lavado, y
- combinación de los anteriores

Los principales factores que influyen en la elección de los métodos pa

ra la separación sólido-líquido, son :

- la ley del mineral
- las características de filtrabilidad o de sedimentación de la pulpa lixiviada.
- el tonelaje a manejar
- el coste y disponibilidad de equipo, y
- los conocimientos y preferencias locales

Las características de las suspensiones a tratar dependen fundamentalmente del mineral de origen (arcillas o rocas sin alterar), de los tratamientos previos (molienda o tostación), de la técnica y condiciones de lixiviación (ácido, alcalis, temperatura, tiempo, agitación) y de la modificación resultante del uso de floculante. Desde el punto de vista de la investigación los factores sobre los que se puede actuar son el tipo y la dosis de floculante y a veces la tostación previa; los restantes suelen venir fijados por las exigencias de lixiviación. Por ello la experimentación se reducirá a ver como se pueden modificar las características de la pulpa valorando la respuesta frente a la filtración o sedimentación, condiciones operatorias, calidad de productos (tortas o fangos y filtrados o reboses). A partir de esta información el cálculo del sistema se hace teóricamente, pues introduciendo un repulpado antes de cada etapa, la eficacia de estas se aproxima a la teórica.

#### a) Floculantes.

Como se ha indicado son de uso general y su introducción masiva se debe a la industria del uranio. Los hay de procedencia natural, polisacaridos (109) o gelatinas (110), y fabricados sintéticamente (111). Estos últimos son de elevado peso molecular y su eficacia es muy alta (las dosis normales están entre 5 y 75 g/t frente a 20-200 g/t de los naturales), sin embargo no han logrado desplazar a los de origen natural que son mucho más baratos. En la valoración hay que considerar los factores económicos y en ocasiones se llega a situaciones de compromiso. En su aplicación conviene seguir las siguientes reglas :

- utilizarlos, a ser posible, sin envejecer (menos de dos días) agregándolos en forma muy diluida. Al prepararlos conviene utilizar la solución más adecuada para su conservación.

- emplear un método de adición que asegure una buena mezcla y distribución por toda la pulpa.



- a ser posible dar tiempo para que se formen los flóculos.
- evitar la degradación de los flóculos una vez formados.

#### b) Filtración.

Se utiliza mucho para la separación de pulpas atacadas cuando se trata de minerales pobres o grandes tonelajes. Permite obtener relaciones bajas ( $0,25 \text{ á } 1 \text{ m}^3/\text{t}$ ) de solución fértil a mineral. Las áreas unitarias corrientes están comprendidas entre  $0,14$  y  $0,28 \text{ m}^2 \cdot (\text{t/d})^{-1}$ . Las tortas tienen del 75 al 80 % en sólidos y con dos etapas se pueden alcanzar recuperaciones comprendidas entre el 98 y el 99,5 %. Las inversiones son altas.

La clarificación de las soluciones fértiles con filtros de arena (112), con filtros de hojas (113) o de capa previa (114) es de uso normal en las plantas convencionales antes de cambio de ión o extracción. Las necesidades de área, referidas a líquido, están comprendidas entre  $0,02$  y  $0,6 \text{ m}^2 \cdot (\text{t/d})^{-1}$ , según el problema y tipo de filtro.

#### c) Decantación en contracorriente.

Es de uso general para plantas de tamaño medio y a veces hasta más de  $1.000 \text{ t/d}$ . Su inversión suele ser inferior a la de los filtros. En general se utilizan cuatro etapas, aunque en ocasiones se llega hasta seis. Las exigencias de área unitarias están comprendidas entre  $0,5$  y  $1 \text{ m}^2 \cdot (\text{t/d})^{-1}$ . Las descargas suelen tener del 45 al 60 % en sólidos. El líquido fértil obtenido está comprendido entre  $1$  y  $3 \text{ m}^3/\text{t}$  y la eficacia de los sistemas utilizados es parecida a la filtración del 97 á 99,5 %. En algunos casos el espesamiento se hace solo sobre las lamas. El circuito de sólidos es doble, con clasificadores (115) o ciclones (116) para las arenas y espesadores para los finos; los líquidos recorren las dos líneas alternativamente.

En ocasiones la decantación precede a la filtración, permitiendo una mayor capacidad de esta última y aumentando la eficacia del sistema. Otras veces ocurre al revés pues se introduce una etapa final de filtración antes de eliminar la pulpa del sistema de lavado.

#### 1.2.3.3. Recuperación del uranio de los líquidos.

Este fué uno de los mayores problemas con que se encontró la industria

del uranio al principio de la década de los años 50. Había que recuperar uranio a partir de líquidos en los que estaba en muy bajas concentraciones y además en presencia de muchas impurezas. Concentraciones habituales (g/l) en los líquidos de lixiviación ácida son :

U<sub>3</sub>O<sub>8</sub> (0,2-2); Fe (0,5-10); Al (0,5-10); Mn (0,2-7); Ti (0,1-0,3); Mg (0,1-4); Cu (0-40); V (0-4); Th (0-0,3); Mo (0-0,5); PO<sub>4</sub> (0-10); Cl (0-15); SiO<sub>2</sub> (0-5); SO<sub>4</sub> (15-150); H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> libre (3-10).

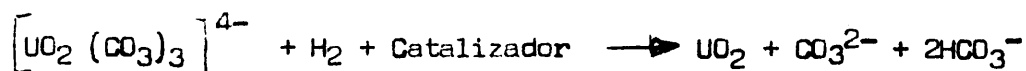
Los líquidos alcalinos son más puros, pues no tienen los cationes pesados, pero tienen : CO<sub>3</sub> (30-80 g/l) y HCO<sub>3</sub> (10-20 g/l) junto con valores altos de pH (10-10,5).

En principio, el único método de recuperar el uranio a partir de los líquidos era su precipitación en forma de compuestos insolubles. Luego se desarrolló la técnica de recuperación por resinas sólidas de intercambio iónico y, por último, la extracción con disolventes.

#### a) Precipitación directa.

La recuperación del uranio de los líquidos de lixiviación ácida se ha-cia bien por precipitación a pH bajo (~2) con fosfato o arseniato (117), o en dos etapas (118) una que eliminaba los cationes pesados (pH=3) y luego recuperaba el uranio por neutralización (pH 6-7). Estos métodos tenían costes altos de reactivos y operación, daban recuperaciones bajas y productos impu-ros. Actualmente están desterrados excepto en una fábrica que lo combina con la extracción con disolventes (119).

La precipitación cáustica (NaOH) a partir de líquidos de lixiviación alcalina es de uso industrial (120). En ella se emplea un exceso (5-10 g NaOH/l) de sosa. Las aguas madres se carbonatan, con gases de combustión, y se envían a lixiviación. Una alternativa bastante estudiada (121-123) ha si-do la de precipitación por reducción con hidrógeno a presión y temperatura elevada en presencia de níquel como catalizador. El proceso se puede repre-sentar por :

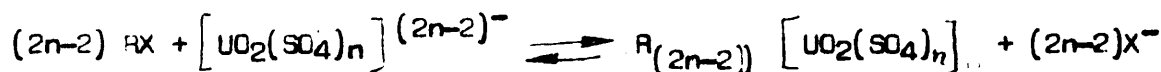


El producto obtenido (85-95 % U<sub>3</sub>O<sub>8</sub>) es más puro que el del proceso cáustico (72-77 % U<sub>3</sub>O<sub>8</sub>).

b) Cambio de ión con resinas sólidas.

El hecho de que las resinas intercambiadoras de anión fijen el uranio existente en soluciones sulfúricas, dió una solución elegante al problema de recuperación del uranio de los líquidos de lixiviación, pues al mismo tiempo que se tenía una recuperación cuantitativa ( $>99,8\%$ ) se lograba la purificación por separación de los metales que no forman aniones complejos, y se reducía, de 20 á 30 veces, el volumen de líquido a precipitar. El proceso se impuso en los circuitos de lixiviación ácida (124-129) y solo de forma limitada a los de ataque alcalino (129, 132).

Esquemáticamente el proceso consiste en fijar el complejo de uranilo sobre la resina (carga) y desplazarlo luego de ella (elución) por una solución salina adecuada. Se puede expresar por la reacción :



La reacción se desplace hacia la derecha en la fase de carga y hacia la izquierda en la de elución.

El proceso de cambio de ión depende de las características de la solución a tratar, de la naturaleza de la resina, del tipo de equipo utilizado para poner en contacto la resina con la solución, de las soluciones que se emplean como eluyentes, de la temperatura y de la forma como se realiza la operación.

Las resinas más empleadas son copolímeros del estireno y divinilbenceno con grupos de amonio cuaternario (133). Recientemente (134) se han desarrollado resinas con grupos terciarios que son más selectivas y fáciles de eluir. Las cualidades fundamentales que debe reunir una resina son :

- elevada capacidad de intercambio, son normales las de 1,2 á 1,8 meq/ml de resina sedimentada en húmedo. Interesa además que sea selectiva para el complejo de uranilo frente al de hierro, al bisulfato o al sulfato.

- hidratación que depende de la resina y del anión combinado con ella; generalmente tiene del 40 al 60 % de humedad.

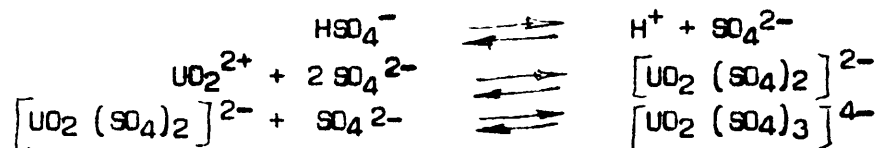
- gran velocidad de intercambio, depende en parte del tamaño de la resina (16/48-m), de su estructura y del tamaño de poros. Los tamaños utilizados en la práctica son compromisos entre la velocidad de intercambio (3-10 min de retención) y las características hidráulicas,  $0,3-0,6 \text{ (kg. cm}^{-2}\text{)} \cdot (1/\text{sg/m}^2)^{-1}$ .

- densidad elevada, especialmente si se quiere trabajar de forma con-tinua y en contracorriente; la densidad de la resina cambia según el anión ligado a ella y sobre todo cuando está cargada de uranio. En las operaciones de lavado de los lechos de resina por fluidización conviene elegir la etapa de densidad adecuada. De interés práctico es la densidad aparente relacionada con el dimensionado de equipo, y que está comprendida entre 0,60 - 0,75 kg . l<sup>-1</sup>. El volumen de huecos en el lecho es del 40 %.

- resistencia a la abrasión y a la degradación por el ciclado de hin-  
chamiento y contracción o de sobrepresión y depresión.

- resistencia al envenenamiento, es decir que no fije iones de forma definitiva o sufra bloqueo mecánico de sus poros. La disminución de la capa-  
cidad repercute no solo en la reducción de las posibilidades de la planta si-  
no, también, en el aumento de los costes de operación. La vida normal de la  
resina está comprendida entre 2 y 4 años.

En relación con la influencia de la composición de la solución fértil  
a tratar ya se han indicado antes algunos de los componentes presentes. De es  
tos, el ión amonio, los alcalinos, alcalinoterreos, el aluminio y los elemen-  
tos de transición, que no forman complejos fuertes con el sulfato, no afectan  
a la adsorción del uranio por la resina de cambio de ión. Los iones VO<sup>2+</sup>,  
Mn<sup>2+</sup>, Fe<sup>2+</sup>, Co<sup>2+</sup>, Ni<sup>2+</sup>, Cu<sup>2+</sup> y Zn<sup>2+</sup>, tampoco tienen prácticamente influencia.  
Los componentes más importantes, aparte los venenos, son H<sup>+</sup>, HSO<sub>4</sub><sup>-</sup> y SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>.  
Su influencia se basa en el hecho de que existen los equilibrios :



y que entre estos aniones hay una fuerte competencia para fijarse sobre la re  
sina. En consecuencia tendrá influencia sobre la carga :

- la variación del pH o acidez, al disminuir ésta, desaparecen iones  
HSO<sub>4</sub><sup>-</sup> y el incremento de sulfatos favorece la formación de los complejos de  
uranilo y aumenta la capacidad de carga. Sin embargo a valores elevados de  
pH (> 1,8), la resina fija fuertemente el complejo de hierro (III). La presen-  
cia de otros aniones que precipitan a valores bajos de pH, p.ej. fosfato, pue  
de aconsejar el trabajo a valores inferiores a 1,8, a pesar de la influencia  
perjudicial del bisulfato.

- la concentración del uranio, pues al aumentar eleva la concentración  
en la resina.

- la concentración de sulfatos tiene un efecto contrapuesto pues al au-  
mentar, favorece, por un lado, la fijación del uranio y por otro entra en com-  
petencia debil (SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>), y sobre todo lleva consigo un incremento en la concen-

tración de bisulfato, que son los iones que ejercen mayor competencia al uranio. El efecto ~~total~~ es perjudicial.

Además de estos iones cuya influencia se deduce directamente de las ecuaciones anteriores de equilibrio, existe la competencia de :

- el hierro, que en forma férrica forma complejos aniónicos ( $[\text{Fe}(\text{SO}_4)_2]^-$ ,  $[\text{FeOH}(\text{SO}_4)_2]^{2-}$ ) a diversos valores de pH. Estos complejos se fijan sobre la resina y a valores adecuados de pH son desplazados por el uranio. Sin embargo si se eleva mucho el valor de pH el desplazamiento no es completo. El hierro ferroso no tiene influencia.

- cloruros y nitratos, cuando sus concentraciones son próximas a 2 g/l (135).

- el vanadio en forma pentavalente ( $\text{VO}_3^-$  y  $\text{VO}_4^{3-}$ ) que se fija al mismo tiempo que el uranio y también se eluye simultáneamente sin que suponga una disminución definitiva de la capacidad de la resina.

- el fosfato y arseniato a concentraciones bajas y en presencia de poco uranio, se fijan como  $\text{H}_2\text{PO}_4^-$  y  $\text{H}_2\text{AsO}_4^-$  aunque sin afectar demasiado a la capacidad para uranio (136). Cuando la concentración es alta y hay más de 0,5 g  $\text{U}_3\text{O}_8$ /l en solución, aumenta la capacidad de la resina para uranio (136), debido a que posiblemente se fija como el anión  $[\text{UO}_2(\text{H}_2\text{PO}_4)_3]^-$  (137).

Aparte de estos factores, la capacidad de la resina para uranio viene afectada por la presencia de otros componentes que se fijan de forma permanente y originan una disminución creciente de su capacidad. Entre ellos hay que señalar el bloqueo físico por sólidos o lamas presentes y por la sílice que precipita sobre la resina. El molibdeno, circonio y torio (138) que no se liberan con los eluyentes normales del uranio y se acumulan en la resina, hasta que se retiran por un tratamiento de regeneración. Más peligrosos son los complejos cianurados de cobalto, tiocianatos, azufre elemental o titanio, que llevan a un envenenamiento definitivo, por lo que la única forma de luchar con ellos es evitando la presencia en los líquidos de ataque (139).

Durante la elución se invierte el proceso de carga desplazando el uranio de la resina (140). Esto se logra pasando una solución concentrada (1,1M) de iones cloruro o nitrato por la resina, la solución eluyente es ligeramente ácida (0,3-0,5 N). La resina queda en forma de cloruro o nitrato, aniones que se intercambian con el complejo de uranilo en la siguiente operación de carga. El anión retenido por la resina es el origen de los gastos de reactivos en

cambio de ión pues el resto de agente eluyente se recupera de las aguas madres de precipitación del uranio. En la práctica normal la elución se hace de forma fraccionada con separación del sistema de una porción rica en uranio y recirculación a la operación siguiente de una porción pobre en uranio y rica en eluyente. Aparte de los eluyentes convencionales ( $\text{Cl}^-$  ó  $\text{NO}_3^-$ ) se ha extendido el uso de la elución sulfúrica (seguida de extracción) (141) y el empleo de eluyentes neutros (85).

Los factores que más influyen en la elución del uranio son la naturaleza del eluyente (anión fundamental,  $\text{Cl}^-$  ó  $\text{NO}_3^-$ , concentración del mismo, concentración en sulfatos y acidez del medio) velocidad de paso y temperatura. En la economía del proceso se deben tener también en cuenta la repercusión sobre los gastos de la precipitación subsiguiente.

El eluido obtenido de las resinas tiene fundamentalmente uranio (5-15 g  $\text{U}_3\text{O}_8/\text{l}$ ), algo de hierro férrico, y los aniones eluyentes, sulfatos y fosfatos si existían en la solución fértil. En la práctica normal se recupera el uranio de esta solución por precipitación. Corrientemente se procede en dos fases; una primera, hasta pH 3,0-3,5, que elimina el hierro, fosfatos y parte de los sulfatos, arrastrando algo (5-10 %) de uranio y otra final sobre los líquidos filtrados de la etapa anterior, que se neutralizan hasta pH 7. El agente de precipitación suele ser : cal-amoniaco (126), cal-sosa (90), o cal-magnesia (88) para la primera fase; y amoniaco, sosa o magnesia para la segunda. Las características de los productos dependen, en gran manera, de la forma de llevar la operación; a temperaturas bajas se tienen concentrados ricos como mala sedimentación o filtrabilidad, mientras que por el contrario por encima de 40 °C se tienen productos cristalinos que sedimentan y filtran bien, pero que son ricos en sulfatos y de ley algo baja en uranio.

En la realización práctica de la operación de cambio de ión, se tiende a lograr la mayor carga posible de la resina en uranio, pues los costes de elución son constantes e independientes de la cantidad de uranio adsorbido por la resina. La operación más clásica es la operación en lecho fijo, que es semicontinua. En ella existen de tres a cuatro columnas, una que está en elución o lavada y las restantes (2 ó 3) están colocadas en serie en la fase de carga. El sistema se calcula (142), de manera que cuando quiere salir uranio por la última columna, la primera está saturada y se puede retirar del siste-

ma introduciendo otra completamente regenerada. Por lo general las columnas solo se llenan con resina hasta la mitad dejando el resto para la expansión durante el lavado; existe una variante que emplea columnas más pequeñas completamente llenas de resina y de las cuales se pasa la resina a otra mayor para el lavado y elución (143). Existen operaciones continuas (144) con elevados flujos unitarios pero no se han aplicado al uranio. En estos sistemas se necesitan líquidos completamente exentos de sólidos.

Recientemente (145) se ha desarrollado un sistema continuo de operación en contracorriente, que trabaja con un lecho fluidizado compartimentado. Esto permite un menor inventario de resina y el tratamiento de líquidos sin clarificar. Industrialmente existen operaciones que trabajan con pulpas desarenadas a las que se mezcla la resina (Sistemas RIP, "Resin-in-pulp"); existen dos tipos de circuitos, uno semicontinuo de cestas de resina (147) y otro continuo compuesto de varias etapas en serie, cada una tiene un contactor (tanque agitado) y un separador (148).

#### c) Extracción con disolventes.

El descubrimiento de los procesos de extracción con disolventes para la recuperación del uranio y de otros metales se debe de considerar como uno de los mayores avances en el campo de la hidrometalurgia. Es un procedimiento alternativo del cambio de ión y ha ido desplazando a éste de muchas realizaciones industriales. Esquemáticamente, el proceso tiene dos fases: la extracción y la reextracción. En la primera el disolvente se pone en contacto con el líquido a tratar y el uranio pasa al disolvente. En la reextracción se produce el proceso inverso pasando al uranio a la fase acuosa. En este conjunto se logra a la vez purificar y concentrar el uranio. Los líquidos circulan en contracorriente y el disolvente sigue un circuito cerrado entre extracción-reextracción. La extracción con disolventes se aplica únicamente a líquidos ácidos (149) pues los intentos para líquidos alcalinos no han dado resultados económicos (150). En la actualidad las realizaciones industriales trabajan con líquidos clarificados (151) y se están haciendo esfuerzos para extender su aplicación al tratamiento de pulpas (152). La extracción tiene muchas ventajas:

- tiene simplicidad y flexibilidad para la operación
- es de fácil control
- tiene rendimientos y selectividades altas
- su coste de instalación es relativamente bajo

- la regeneración del disolvente cargado es fácil, y
- es aplicables a la recuperación de subproductos metálicos valiosos, como p.ej. la del torio en los líquidos estériles de uranio producidos en Blind River (153).
- los productos venenosos se se pueden eliminar de forma continua.

El disolvente utilizado consiste normalmente de una mezcla de un reactivo (activo para el uranio), un diluyente y a veces un segundo reactivo que facilite la separación de fases o evite la formación de tercera fase durante la operación. Los factores a considerar en su elección son :

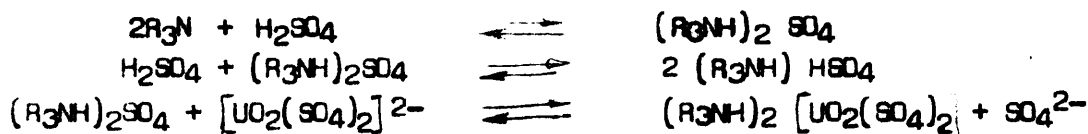
- capacidad para extraer el uranio (coeficiente de distribución y saturación).
- selectividad para el uranio frente a otros componentes.
- facilidad de reextracción del uranio con reactivos baratos y de forma simple.
- baja solubilidad en la fase acuosa y facilidad de separación de fases que evite pérdidas mecánicas.
- estabilidad alta para que resista muchos ciclos de extracción-reextracción sin pérdidas ni necesidad de tratamiento.
- el diluyente debe ser barato y fácilmente disponible; el más corriente es el queroseno.
- tiene que dar mezclas con rápida y completa separación de fases, la operación se favorece trabajando con fase orgánica continua.
- inflamabilidad y toxicidad bajas.
- mínimo coste total (pérdidas de disolvente, reactivos de reextracción y precipitación, energía, atención e inversión).
- y sobre todo hay que tener en cuenta la composición del líquido a tratar, (naturaleza y concentración de los diferentes aniones y cationes) así como su estado de oxidación.

Se han realizado muchas investigaciones para encontrar y desarrollar disolventes adecuados (154). De todos los que potencialmente podían ser aplicables, únicamente se usan comercialmente dos tipos : alquilaminas y compuestos orgánicos de fósforo. La forma de actuar de cada grupo es diferente y a continuación se discuten por separado.

Las aminas tienen un comportamiento, en extracción y reextracción, muy similar a las resinas de base débil, intercambiadora de aniones. El pro



ceso es asimilable a las ecuaciones :

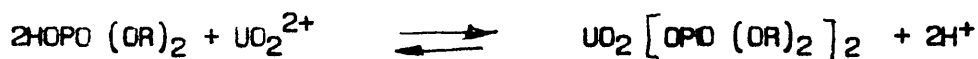


Al igual que en el proceso de cambio de ión, la extracción del uranio disminuye al aumentar la concentración en sulfatos y la acidez. Es fácil trabajar a valores de pH comprendidos entre 1,2 y 1,5. Para la mayoría de los líquidos de lixiviación la extracción del uranio es completa utilizando de tres a cinco etapas. La selectividad para el uranio, frente a impurezas como fosfatos, hierro, vanadio o molibdeno, es grande; la selectividad depende de la estructura de la amina (155) siendo las más selectivas las terciarias.

La elución o reextracción del uranio se puede hacer con todos los reactivos utilizados para cambio de ión. Sin embargo, en la práctica se ha limitado al carbonato (156), sulfato amónico a pH controlado (157) y sobre todo al empleo de cloruros, normalmente sal común (158) y modernamente cloruro amónico. El empleo de nitratos es prohibitivo pues la afinidad de la amina por el nitrato es mayor que la del complejo de uranilo y exige la regeneración de la amina a su forma libre y luego a sulfato. Corrientemente la reextracción se logra con 2 ó 4 etapas.

Las aminas se utilizan diluidas del 2 á 5 % v/v ( $\leq 0,1$  M) en queroseno. Para mejorar la separación de fases se agrega un alcohol de cadena larga (3-5 % v/v). Las aminas usadas tienen una solubilidad baja ( $< 20$  ppm) y las condiciones de operación (fase orgánica continua) y diseño se establecen para reducir al mínimo (0,1-0,2 %/100) la pérdida de disolvente total.

De los posibles compuestos orgánicos de fósforo, utilizables en extracción del uranio de líquidos de lixiviación, únicamente se puede considerar de aplicación comercial, actualmente, el ácido di-2-etil-hexil-fosfórico (D2EHPA), aunque también se dispone comercialmente del ácido monododecilsfosfórico (DPPA), y de otros fácilmente sintetizables a partir de alcoholes (159). El proceso difiere del de las aminas pues el uranio se extrae por intercambio catiónico :



Esta ecuación indica que, como en el caso de las aminas, la extrac-

ción será perjudicada por una acidez y concentración de sulfatos alta. La acidez desplaza la reacción a la izquierda y los sulfatos acomplejan el uranio y desplazan también la reacción en el mismo sentido. Estos reactivos se pueden aplicar a la extracción del uranio de medios ricos en cloruros (160), o fosfatos (161). La selectividad frente al hierro ( $\text{Fe}^{3+}$ ) o vanadio ( $\text{V}^{4+}$ ) es menor que la de las aminas y por ello interesa reducir el hierro antes de la extracción y dar poco tiempo de contacto para disminuir la extracción del vanadio. En la práctica se utilizan diluidos en queroseno y es normal la adición de un compuesto neutro de fósforo (TBP ó TOPO) (162) en lugar del alcohol superior, pues así no solo se evita la formación de tercera fase, sino que se incrementa el coeficiente de distribución por la combinación sinérgica de los dos reactivos. La solubilidad del D2EHPA es inferior a 5 ppm y la del TBP es de unas 25 ppm.

La reextracción del uranio del D2EHPA se puede hacer con soluciones fuertes de ácidos o con soluciones de carbonato sódico ó amónico. Sin embargo, hay que tener cuidado con la elución alcalina pues la sal sódica o amónica formada puede ser insoluble en el medio eluyente.

El equipo utilizado es convencional, aunque con preferencia de los mezcladores sedimentadores (163) sobre centrifugas o incluso columnas. Estas últimas, así como los contactores de película (164) se están tratando de aplicar a la extracción sobre líquidos sin clarificar o directamente sobre pulpas. La resolución de la operación sobre pulpas supondría un gran avance en la aplicación de la extracción con disolventes, ya que actualmente viene limitada por la necesidad de trabajar sobre líquidos claros.

En la reextracción se obtienen líquidos muy concentrados en uranio 30 á 60 g  $\text{U}_3\text{O}_8/\text{l}$ . Si el líquido procede de una operación con aminas terciarias se puede precipitar directamente el concentrado con sosa o amoníaco, se tienen productos ricos 75-85 %  $\text{U}_3\text{O}_8$  y bastante puros. Los extractos obtenidos a partir de ácidos alquilfosfóricos y elución carbónica también son puros pues en la reextracción precipitan los iones pesados. El uranio de las soluciones carbónicas se puede precipitar como uranato con sosa, como en el caso de los líquidos de lixiviación alcalina; o con sosa después de destruir el complejo carbónico en medio ácido (14); evaporando parcialmente la solución de carbonato amónico; o como la sal sódica o amónica del complejo de uranil-tricarbonato (156). Los concentrados amónicos se suelen calcinar elevando su

ley al 97-99 %  $U_3O_8$ .

#### 1.2.3.4. Operaciones auxiliares.

##### a) Efluentes.

En las plantas de concentrados de uranio se originan una serie de productos que no se pueden verter directamente a los cauces públicos (166). De ellos hay que destacar :

- Líquidos estériles resultantes de la recuperación del uranio. En el proceso alcalino hay muy pocos pues en su mayoría se recirculan a lixiviación. Por el contrario en el proceso ácido la mayoría tienen poco valor en sí y, excepto por el ahorro de agua, se podría verter al exterior. Estos líquidos son ácidos (pH 1,2-1,8) con bastantes cationes metálicos en disolución, aniones perjudiciales ( $Cl^-$  ó  $NO_3^-$ ), vestigios de materia orgánica y trazas de materiales radiactivos. Antes de eliminarlos se neutralizan con cal o con caliza y cal. Así se elimina la acidez, se precipitan los sulfatos y cationes pesados, y las trazas de radiactividad; la materia orgánica también queda absorbida en su mayoría sobre los precipitados. A veces los últimos restos de radiactividad se eliminan agregando una sal de bario (166) o pasando los líquidos por un lecho de barita. Los sólidos producidos se separan del líquido por decantación.

- Pulpas de sólidos estériles, en medio alcalino (pH 10) en uno de los procesos y ácido (pH 2-3) en el otro. En ellas se encuentra en forma insoluble la mayoría de la radiactividad que entró en la instalación de concentración, sin embargo estos productos radiactivos se pueden ir solubilizando gradualmente (años) si se permite el paso de líquido a su través. Las suspensiones resultantes de la operación de lavado tienen contenidos en sólidos comprendidos entre el 50 y el 80 %. Lo primero en su manipulación es la neutralización con sulfúrico o cal. Luego se envían a un dique de decantación y almacenamiento que retiene los sólidos y del que rebosan aguas neutras y claras.

Otros flujos menores existentes en las plantas de concentración se pueden considerar incluidos en los dos tipos anteriores.

## b) Subproductos.

El conjunto de operaciones anteriores constituye el esquema normal al que se adaptan la mayoría de los circuitos de tratamiento y minerales. Sin embargo, existen minerales complejos, menas dobles o triples, en los que además del uranio hay otros componentes valiosos cuya recuperación interesa. En estos casos el diagrama se complica por las nuevas exigencias. Algunos casos típicos son la recuperación de molibdeno, la de vanadio, o bien la de cobre que es objeto de este estudio.

### 1.2.3.5. Recuperación de cobre.

El cobre se presenta en los minerales en forma de sulfuros y son estas menas las que constituyen el núcleo del suministro mundial de cobre. Junto a ellas hay también minerales oxidados, bien sales u óxidos, que proceden de la alteración de los sulfuros. En el yacimiento que ha dado origen a este estudio también se encuentran (ver cap. 2) toda una gama de minerales de sulfuros y de óxidos.

La mineralización en que se presenta el cobre condiciona el método de tratamiento. En general se puede decir que los minerales de sulfuros son susceptibles de concentración física (167) para obtener concentrados comerciales. La flotación con xantatos está bien establecida y los problemas que se presentan se deben fundamentalmente a las asociaciones acompañantes al cobre que pueden dar origen a problemas muy complejos (168). Los concentrados obtenidos tienen leyes suficientemente altas ( $>15\% \text{ Cu}$ ) para someterlos a procesos pirometalúrgicos.

En los yacimientos en los que la presencia de sulfuros es predominante y hay pocos óxidos se puede llegar a una solución mixta de lixiviación-precipitación-flotación, y obtener un concentrado global (169). Una versión moderna (170) trabaja sobre material desarenado y aprovechando la diferencia de densidad entre el cobre y la ganga.

En el caso de los minerales oxidados al extremo sería los minerales de ley alta que se tratan por lixiviación ácida convencional seguida de la lavado y tratamiento de los líquidos (171). Un tipo intermedio es el de minerales oxidados de ley baja con los que interesa una recuperación alta, al mé

todo que se utilice es la lixiviación por percolación en grandes depósitos. Por último hay que citar la lixiviación en mina y la de los materiales marginales originados en las operaciones de preparación de las grandes explotaciones modernas; en estos casos se recurre a la lixiviación estática por riego (172). A veces (173) el medio lixivante se origina en el proprio mineral por la acción del agua y de bacterias.

Un problema de lixiviación especial es el que presentan las menas altas en cal. Para ellas se recurre a la lixiviación con amoníaco (174) y en algunos casos de menas refractarias al empleo de cianuro (175).

La recuperación del cobre de los líquidos constituye un tema de gran interés, y en que se siguen las líneas de :

a) Electrolisis de las soluciones concentradas hasta que cae la concentración a un nivel compatible con la economía eléctrica del sistema, los líquidos parcialmente empobrecidos se recirculan (176). Una versión reciente (177) parece que puede llegar a agotar los líquidos, por completo y económicamente.

b) Cementación, a partir de líquidos de baja concentración. Es el método más antiguo pero que se sigue empleando con gran profusión y que es objeto de muchos estudios (178 á 181).

c) Cambio de ión sobre resinas (182). Aunque su aplicación mineralúrgica es limitada y se utiliza con más éxito en la recuperación de cobre de otros procesos (p.ej.: rayon).

d) El cambio de ión líquido o extracción con disolventes es la técnica más moderna y la que va ganando terreno día a día. En ella (183) se sigue un proceso análogo al descrito para el uranio con una fase de extración o carga del líquido orgánico y otra de reextracción o agotamiento de esta misma fase. La extracción se puede realizar a partir de un medio amoniacal (184) o ácido (185-186). La reextracción siempre se realiza con ácido sulfúrico. El extracto se somete normalmente a electrolisis. Recientemente (187) hay una aplicación en que cristalizan del extracto acuoso sulfato de cobre de gran pureza que se comercializa como tal.

### 1.3. Plan general del trabajo.

Este estudio se originó por la necesidad de solucionar el problema real de beneficio de una mena doble de uranio-cobre descubierta en Sierra Morena. Según se ha indicado antes cada mineral constituye un problema específico y hay que adaptar, e incluso completar, las tendencias de tratamiento existentes para su tipo. Además en este caso particular existía una fábrica con su propio diagrama para uranio, y por consiguiente los estudios había que realizarlos teniendo esto en mente, así como la preocupación de originar las menores adiciones y perturbaciones posibles al diagrama. En el capítulo cuarto se discuten con más detalles estas limitaciones y su incidencia sobre la programación de la experimentación.

Por ello el estudio hay que considerarlo, más bien, como una investigación aplicada de procesos, que como un ejemplo de un estudio a fondo de una operación, síntesis o proceso físico-químico. La aportación no es brillante, sin embargo creemos que está justificada pues constituye un caso típico de los trabajos que se requieren cuando se quiere dar una solución racional al beneficio de un criadero.

Debido a haberse realizado con miras industriales fundamentalmente puede pecar de falta de equilibrio. Sin embargo las dos partes a las que se ha dedicado mayor atención (lixiviación y flotación) fueron las dos más difíciles y las que mayor incidencia se preveía en el proceso. Algunas alternativas no se consideraron por requerir transformaciones muy substanciales en los circuitos de la fábrica, sin embargo resultados relacionados con ellas se pueden encontrar en publicaciones de algunos colegas (188-189).

Es interesante resaltar que en este estudio se han empleado con profusión las técnicas estadísticas, instrumento interesante (capítulo 3) sobre todo en la investigación aplicada y cuando se trabaja en el límite sensible de las respuestas a los tratamientos. En muchas de las operaciones (molienda, lixiviación, sedimentación, flotación) se han hecho ensayos paralelos en el laboratorio, a pequeña escala y discontinua, y en la planta piloto a escala de varias decenas de kilogramos por hora, con posibilidades de poner de manifiesto efectos acumulativos (reciclados, etc.). En el estudio se ha tratado de comparar los resultados logrados con los dos sistemas de trabajo, así que esto junto con la información obtenida sobre el proceso en sí pueden ser los dos aspectos más destacados de la investigación.

## CAPITULO II

MINERAL

## 2. MINERAL.

Dada la importancia de la composición de la mena sobre la características de beneficio de un mineral, no solo por lo que respecta a los minerales de uranio presentes, sino también por las rocas encajantes y los minerales de la ganga acompañantes, se hará una descripción del yacimiento, de su origen y evolución y de las especies mineralógicas presentes. Luego se consideran las muestras que en particular se emplearon en este estudio y que proceden de las labores de investigación minera iniciales. Se estudian las características físicas de estas muestras, así como su composición mineralógica. A la luz de esta información se consideran los posibles problemas que se pueden encontrar en el tratamiento y el camino que conviene elegir para lograr los resultados más idóneos.

La información general que se presenta se ha tomado fundamentalmente de los estudios de A. Arribas (190) y de R. Arteaga (191). Dada la importancia del tema se considera interesante su presentación y discusión.

### 2.1. Ambiente geológico.

#### 2.1.1. Situación del yacimiento.

La mina La Virgen, es un yacimiento que se halla situado en el extremo norte de una gran fractura de 9 km de longitud que corta en su totalidad el batolito de los Pedroches, con dirección N-60° E. El yacimiento está ubicado a unos 4 km al norte del Santuario de Santa María de la Cabeza.

#### 2.1.2. Geología regional.

a) Caracteres generales. La zona uranífera de Andújar se extiende principalmente por la parte oriental del batolito granítico de Los Pedroches y las formaciones pizarrosas que lo bordean al Norte y Sur en forma de faja de unos 2 km de ancho a partir del contacto. Al Este queda delimitada por la falla del Guadalquivir y, al Oeste, aproximadamente por el meridiano de Villanueva de Córdoba. El batolito granítico, de dirección WNW-ESE, divide la zona geológica en tres partes bien diferenciadas,

- En el ángulo NE aparecen, en inmediato contacto con el granito, una serie de pizarras, del cámbrico-carbonífero inferior, con metamorfismo



regional de las facies de los esquistos verdes. Inmediatamente al Norte hay cuerdas de cuarcitas, con intercalaciones de pizarras, del silúrico inferior. Esta zona del ángulo NE está, geográficamente, bien diferenciada con la denominación de Sierra Fuencaliente, que se prolonga por el Este a Despeñaperros y al Oeste hasta Cabeza del Buey y Castuera.

- La zona central granítica, también bien diferenciada y conocida como Valle de los Pedroches, es una penillanura caduca.

- La zona del ángulo SW consiste en una serie de terrenos, siempre con arrumbamientos WNW-ESE, plegados y metamorfizados durante la orogenia hercínica, compuesta por el carbonífero inferior, en contacto también con el granito, devonico, silúrico, nuevas apofisis graníticas, superpuestas a ellas y ya en la proximidad de la falla de Guadalquivir, retazos del trias y del mioceno, que solo son afectados por la orogenia alpina. Los terrenos hercínicos de este ángulo SW del mapa reciben la denominación de Sierra de Córdoba, mientras que el trias y el mioceno pertenecen a la campiña del Guadalquivir.

En el área granítica del batolito de Los Pedroches se pueden distinguir dos unidades fundamentales : granito adamellítico de grano grueso y granito adamellítico de dos micas de grano medio. El magmatismo post-granítico dió lugar al emplazamiento de pórfidos, aplitas, microdioritas y cuarzos. Los pórfidos se presentan en forma de diques de varios metros de potencia, a veces hasta de 50 m, en trayectos de varios kilómetros, con dirección más frecuente NW. Pórfidos y aplitas muestran una estrecha relación genética, pues es muy frecuente pasar insensiblemente de unos a otros, siguiendo el afloramiento de un mismo dique. Las porfiritas andesíticas están muy alteradas, su dirección más frecuente es NE y sus potencias de uno a dos metros. Las longitudes no alcanzan a los 500 m. Los diques de cuarzo son muy frecuentes, casi siempre con dirección N-30° E, y pueden alcanzar potencias de tres metros con recorridos de dos a tres kilómetros. En general son estériles, pero algunas veces están mineralizados y van acompañados de otras gangas, especialmente carbonatos. Los más interesantes son los que contienen sulfuros de cobre, pues en ellos son frecuentes las mineralizaciones uraníferas.

b) Geomorfología. Las cadenas montañosas de dirección WNW, creadas

por la orogénia herciniana, fueron arrasadas durante la época triásica, creándose entonces la penillanura del batolito pedrocheño. El rebajamiento de la red hidrográfica, ha ido creando la fisonomía actual de la zona, caracterizada por un escarpe muy pronunciado entre la penillanura batolítica y el valle del Guadalquivir. Por el contrario, en el borde norte del granito se ha excavado una cubeta en la pizarra comprendida entre las cuarcitas, al Norte, y el granito, al Sur.

c) Metalogenia. Son numerosísimas las manifestaciones de minerales metálicos ligadas con este batolito granítico. Hay filones de galena que tienden a situarse en el borde y, con frecuencia, encajan en la pizarra. Los filones de calcopirita son intrabatolíticos y de dirección NE. Normalmente la ganga es de cuarzo, barita y calcita-siderosa. En algunos filones de plomo hay fluorita. Estadísticamente hay una ligazón calcopirita-calcita y galena-barita. En el contacto son abundantes las manifestaciones wolframíferas en cuarzo con algo de turmalina. También hay manifestaciones muy pobres de cuarzo con mispiquel. Otra mineralización del contacto, bastante extendida, pero de poca riqueza, es la del bismuto.

Las manifestaciones uraníferas más importantes se sitúan en la parte comprendida entre el eje del batolito y el contacto norte, es decir, allí donde la penillanura queda mejor conservada. En los yacimientos intragraníticos predominan los minerales secundarios, fundamentalmente autunita y torbernita sobre la pezblenda. En los que encajan en la pizarra quistolítica se presenta la pezblenda esferulítica. Es de destacar la asociación cobre-urando; unas veces solo en forma de productos secundarios dioplasa-crisocola-torbernita-autunita y otras en forma primaria: calcopirita-borrita-calcosina-pezblanda.

### 2.1.3. Características del yacimiento La Virgen.

Se halla en el extremo norte de la fractura que corta al batolito. La potencia de la formación es grande, de unos 12 m, aunque con grandes variaciones (de 3 a 25 m). Dista del contacto granito-pizarra solo unos 300 m desde el interior del batolito. La fractura afecta en primer lugar a la ademellita biotítica porfiroide, a lo largo de unos 4,5 km desde el contacto norte hacia el sur, luego penetra en la ademellita de dos micas durante unos 3,5 km y corta de nuevo durante un kilómetro, en el extremo sur, el granito porfiroide.

La característica fundamental de este tipo de yacimiento es la ligazón más o menos estrecha, de la fractura con un dique de porfirita andesítica. El vulcanismo post-granítico dió lugar al emplazamiento de una porfirita andesítica con dirección NE. Sucesivas reaperturas con brechificaciones dieron lugar a la deposición de filones de carbonatos, cuarzo blanco y jaspe limonítico.

En la mayoría de los casos hay relación entre la asociación Cu-U y la roca básica, pero esto no es general y así en esta mina la porfirita andesítica está íntimamente ligada a la mineralización en los 70 m más superficiales y luego, en profundidad, la calcopirita-pepblenda se separan de la roca básica. Va apareciendo una cuña de granito triturado y alterado entre ambas formaciones, cuña que se va ensanchando en profundidad. Tanto el cuarzo blanco como el jaspe limonítico constituyen, por así decir, el enlace entre la porfirita andesítica y el filón, de manera que normalmente en superficie brechifican y cementan a aquélla y sustituyen también a la calcita.

a) Zona primaria. En los niveles primarios no hay pepblenda; la calcita va mineralizada con calcopirita-bornita, bien en forma de vetillas que la atraviesan, o como una brecha de trozos de calcita blanca estéril cementada por calcita negra que al microscopio aparece mineralizada con pirita y calcopirita-bornita.

b) Zona de cementación. En el nivel de cementación aparece una veta gruesa de calcosina que encierra núcleos de calcopirita-bornita sin alterar. Alrededor de estos núcleos hay calcosina de alteración. Todo queda incluido en una masa de otra calcosina compacta que no contiene restos de calcopirita bornita. Estas masas de calcosinas están atravesadas de filoncillos de pepblenda que incluyen también restos de calcopirita-bornita-calcosina. No se encuentra calcita, y el conjunto está encajado en una masa arcilloso-limonítica, con vetas de jaspe limonítico. Los nódulos de calcopirita-bornita llevan pirita, y existe además una segunda venida de pirita simultánea con la venida de los minerales uraníferos, especialmente con la cofinita. El cuarzo jasperoide de última génesis atraviesa en venillas a los sulfuros de cobre y contiene cuprita. En las zonas puras de cementación aparece una deposición rítmica finísima, en forma de huellas dactilares, de calcopirita-bornita.

c) Zona de oxidación. Es de gran complejidad, porque se suman, a la presencia de los minerales supergénicos de mena y ganga, el entroncamiento de la roca básica, con su cortejo de cuarzos, dentro de la fractura filoniana. El mineral uranífero fundamental es la torberita, que impregna y tapiza indiferentemente granito triturado, cuarzos y roca básica. Las zonas más radiactivas se localizan en el muro de toda la sucesión filoniana. También se ha encontrado autunita, pero en general es escasa. Hay duda de si existen óxidos negros, aunque se han encontrado costras negras pulverulentas de alta radiactividad. Es frecuente la uranopilita como mineral de neoformación en forma de eflorescencias de color amarillo limón.

El mineral de cobre de oxidación más abundante es la cuprita, aunque tampoco faltan zonas de tenorita y covalina. Muy abundantes también son los silicatos de cobre, sobre todo crisocola. Asimismo pueden encontrarse carbonatos, pero es casi exclusiva la malaquita, y muy rara la azurita. Son abundantes las eflorescencias sobre materiales filonianos de costras arriñonadas de calcantita azulada.

La oxidación de las piritas dió origen a gran abundancia de limonitas que impregnan las rocas encajantes y los materiales filonianos. En ciertos casos llegan a formar masas concrecionadas botroidales de goetita, íntimamente mezclada con pequeñas cantidades de oligisto.. En la limonita se encuentran inclusiones de todos los minerales metálicos que constituyen el yacimiento. Con frecuencia se forman también costras arriñonadas de sulfatos de hierro.

## 2.2. Rocas encajantes.

La formación radiactiva se encuentra encajada en un granito adamelítico, tipo granodiorita, en el que existen diferenciaciones porfídicas algo más básicas, cuarzodioríticas, y otras de grano fino de composición más ácida, cuarzo-monzonítica. Las características principales de estas rocas son :

### 2.2.1. La granodiorita.

Es una roca de color claro, textura compacta y de grano grueso fácilmente alterables en la superficie y fuertemente teñidas por los óxidos de hierro. La estructura es granitoidea, holocristalina e hipidiomorfa y

sus minerales poseen las siguientes características :

a) Cuarzo : En cristales globulosos con tendencia al idiomorfismo.

b) Ortosa : Cristales subidiomorfos, que pueden llegar hasta varios centímetros. Generalmente maclada según la ley de Carlsbad, y muy frecuentemente con estructuras pertíticas e inclusiones idiomorfas de plagioclasas, cuarzo y biotita.

c) Plagioclasas : Los cristales, generalmente idiomorfos, corresponden a una oligoclase, asociada según las leyes de la albita-Ala y Carlsbad, con macas muy finas y apretadas. Las plagioclasas están frecuentemente zonadas con la periferia más ácida. Aunque se ven algunos cristales mayores, estos son más pequeños que los de la microclina y aparecen siempre bastante sericitados.

d) Micas : La biotita es la mica dominante y aparece en cristales aislados o incluidos dentro del cuarzo y los feldespatos potásicos. Siempre tiene inclusiones de circón y frecuentemente está cloritizada. La moscovita es rara y siempre en cristales muy pequeños.

Minerales accesorios : Solo se han visto el circón y el apatito, que forman siempre cristales muy pequeños. El primero es abundante y está incluido en las biotitas, mientras que el apatito que es escaso puede estar además disperso en la roca.

#### 2.2.2. La cuarzodiorita.

Dentro de las granodioritas existen unas zonas algo más oscuras de formas alargadas. El aspecto a primera vista es porfídico, pues destacan los cristales de color claro sobre el fondo gris verdoso. Al microscopio la roca es análoga a la granodiorita, pero con un desarrollo extraordinario de las plagioclasas, cuyos cristales idiomorfos destacan sobre un fondo formado de placas mayores de cuarzo y ortosa.

Las características de los minerales son parecidas a las que tienen en la granodiorita, aunque muestran algunas particularidades : Así el cuarzo puede aparecer en cristales tan grandes como los del feldespato potásico y formando agregados en mosaico.

Las plagioclasas tienen una zonalidad más acentuada que en la granodiorita, y tienen además cristales maclados según la ley de la periclina. Aquí están completamente sericitadas e incluso han dado lugar a la formación de calcita secundaria, y sobre los productos arcillosos de alteración, de color oscuro, destacan los cristales inalterados de cuarzo y ortosa, que dan a la roca su aspecto porfídico. La ortosa no ha variado, pero ha disminuido bastante su proporción respecto a otros feldespatos. La biotita ha aumentado mucho y se ha convertido en un elemento esencial de la roca.

### 2.2.3. La cuarzomonzonita.

Es otra diferenciación de la granodiorita, de color claro, compacta y con estructura fenerítica, de grano fino, holocristalina e hipidiomorfa. Su aspecto es bien definido y dan lugar a estructuras de tipo filoniano. Sus minerales poseen las características :

a) Cuarzo. Se presenta en dos aspectos diferentes :

- en placas xenomorfas, con tendencia a agregados en mosaico, y
- en estructuras micrográficas junto con los feldespatos.

Son frecuentes las asociaciones micropegmáticas de cuarzo y ortosa dispuestas alrededor de los cristales idiomorfos de plagioclase.

b) Ortosa. También aparece de dos maneras :

- en cristales pequeños, aislados y xenomorfos, y
- asociada al cuarzo en las estructuras micropegmatíticas.

Los cristales están ligeramente caolinizados y son equigranulares.

c) Plagioclasas. Corresponden a una andesina ácida, maclada según las leyes de la albita, albita-Ala y Carlsbad. Generalmente están sericitadas y los cristales, que tienden al idiomorfismo, tienen dos tamaños : iguales a los de ortosa y mayores, hasta de 1 cm, con inclusiones de cuarzo y biotita.

d) Micas. La biotita es la más abundante. Aparece casi siempre en forma de láminas alargadas, intersticiales, dispuestas entre los demás elementos de la roca. También en cristales pequeños, incluidos en los feldespatos o en las asociaciones gráficas de estos minerales con el cuarzo. Frecuentemente está cloritizada. La moscovita es muy rara y forma pequeñas escamas incluidas en la biotita. Otros cristales, algo mayores, se disponen

entre los cristales de cuarzo y de los faldespatos.

e) Minerales accesorios. Solo se observan algunos circones incluidos en la biotita.

#### 2.2.4. Las porfiritas andesíticas.

El filón "La Virgen" coincide en parte con un dique de porfirita andesítica. La roca está muy alterada, tiene estructura afinitica, de grano fino y textura traquítica, microcristalina y a veces porfídica. En este caso, sobre el fondo oscuro formado por materiales de alteración sílico-arcillosos teñidos por los óxidos de hierro, destacan las manchas claras de las plagioclasas completamente sericitizadas, y otras constituidas fundamentalmente por calcita y productos cloritico-serpentinicos originados por transformación de los minerales ferromagnesianos.

Los diques de cuarzo son frecuentes en esta zona. En general son estériles, aunque ocasionalmente llevan sulfuros de hierro y cobre e incluso minerales de uranio. El cuarzo es normalmente microcristalino o jaspeoide, con variedades en peine, pudiendo llevar otras gangas, carbonatos.

#### 2.3. Las deformaciones tectónicas.

En las rocas encajantes de este filón no existen deformaciones de tipo cataclástico, ya que las acciones tectónicas han sido muy definidas y han coincidido, generalmente, con estructuras que significaban soluciones de continuidad mecánica muy importantes, tales como los diques de pórfidos, porfiritas y cuarzo. Por esta razón las dislocaciones se localizan casi exclusivamente dentro de estas estructuras, que han sido sucesivamente fisuradas o brechificadas para dar paso a los nuevos materiales filoniano.

#### 2.4. Transformación de las rocas encajantes.

Las transformaciones experimentadas por las rocas de la región han afectado a éstas con intensidad y proporción variable. Las que son anteriores al emplazamiento de los diques de cuarzo, sericitación y cloritización, tienen carácter regional, pero de importancia diferente según las zonas. Por el contrario, las que acompañan o suceden inmediatamente a los filones de cuarzo, modifican a las rocas encajantes únicamente en la inmediata ve-

ciudad de las estructuras filonianas, alcanzando gran intensidad. De todas ellas la silicificación es la más importante y precede inmediatamente a la arcillización, que es una consecuencia de la llegada de los minerales metálicos. La alteración metaórica sufrida por los materiales filonianos y las rocas de caja ha sido muy importante por encontrarse en la zona próxima al borde septentrional de la falla del Guadalquivir, en un área donde están actuando con gran intensidad los agentes erosivos.

#### 2.4.1. Sericitación.

El aspecto más importante de este proceso se refiere a la alteración de las plagioclasas, que es muy intensa en las rocas graníticas, y completa en las porfiritas andesíticas, especialmente en las proximidades del filón. También existe un proceso de baueritización por el que la biotita de la granodiorita pierde todo el hierro y se transforma en una moscovita muy desflecada llena de inclusiones de apatito y circón.

#### 2.4.2. Cloritización.

Es menos intensa que la sericitación y parece consecuencia de un proceso de alteración regional que se ha acentuado por las acciones hidrotermales. Por ello alcanza gran importancia en las rocas de caja de las diferenciaciones cuazodioríticas o de las porfiritas andesíticas y transforma casi por completo a las biotitas.

#### 2.4.3. La silicificación y hematización.

La silicificación ha sido el más importante de todos los procesos de transformación que han afectado al filón La Virgen. Sus efectos son más claros en los materiales filonianos, pero también se extienden a las rocas de los hastiales, especialmente a las que estén sericitizadas, en los que la silicificación actuó con mayor intensidad.

En su primera fase, la llegada del cuarzo estuvo acompañada por una venida de carbonatos (calcita, dolomita y siderita), simultánea con la primera hematización de las rocas encajantes. Estos carbonatos han sido sustituidos casi totalmente, por las venidas sucesivas de cuarzo. La segunda fase coincide con la brechificación a que fueron sometidos los materiales filonianos antes del depósito de los minerales de uranio. La sílice, en forma



de cuarzo jasperiado y a veces hematítico, rellena los espacios de la brecha e impregna los productos arcillosos procedentes de los minerales que se alteran durante la vida hidrotermal.

#### 2.4.4. Arcillación.

Coincidiendo con el depósito de los minerales metálicos, especialmente los de uranio, tiene lugar un proceso de arcillación importante, que conduce principalmente a la formación de montmorillonita, illita y caolín. Los minerales de la arcilla, que forman masas de color gris más o menos oscuro, sirven de cemento a una brecha formada principalmente por fragmentos de los propios minerales filonianos. En general los productos arcillosos están bastante silicificados y algunas veces hematizados, siendo ambos fenómenos contemporáneos de la llegada de los minerales de uranio.

#### 2.4.5. Meteorización.

La situación del área mineralizada en el extremo meridional de la penillanura herciniana, donde son muy intensas las acciones erosivas, así como la sequedad del clima determinan que la zona de alteración supergénica alcance profundidades considerables en este filón. Los efectos de la meteorización se traducen en una fuerte alteración de los feldespatos, ya bastante sericitizados, por lo que la roca se deshace con facilidad. Al mismo tiempo se refuerza el proceso de arcillización pudiendo existir zonas donde los productos arcillosos alcanzan potencias realmente considerables. Por otra parte, la alteración de los sulfuros de hierro ha dado lugar a la formación de una importante montera limonítica y a la hematización de las rocas encajantes de los materiales filonianos.

#### 2.5. La mineralización y las gangas.

Los minerales primarios de uranio, cofinita y pezblenda, de este filón están asociados a una mineralización de sulfuros de cobre y de hierro semejante a la del filón "Trapero" y muy parecida a la de otros yacimientos del área de Cardeña ("Obejo", "Cano", etc.). La alteración supergénica de los minerales primarios alcanza niveles profundos dada la importancia de la zona de oxidación, y por ello la cofinita y la pezblenda solo se han encontrado a partir del nivel 115.

### 2.5.1. Minerales hipogénicos.

a) Pezblenda. Está siempre concrecionada y se presenta bajo dos aspectos diferentes :

- maciza formando placas informes, sin fisuras de retracción, y
- esferulítica, muy rara, que puede dar lugar a esferulitos aislados o dispuestos en guirnaldas.

No se han observado reemplazamientos activos ni pasivos, y la deposición de la pezblenda parece haber tenido lugar al mismo tiempo que la de la cofinita, entre dos venidas sucesivas de sulfuros de cobre y de hierro. Su poder reflector es bajo y la dureza débil porque casi toda la pezblenda está sobreoxidada y transformada en parapezblenda.

b) Cofinita. Se presenta bajo tres aspectos diferentes :

- en costras, con aspecto concrecionado, alrededor de los fragmentos de la brecha de cuarzo y sulfuros de hierro.
- masiva rellenando las fisuras de la brecha y con una estructura botroidal en los bordes.
- esferulítica, en esferulos aislados o formando concreciones.

Las costras no suelen tener más de 0,5 mm de espesor, y contienen numerosas inclusiones de calcosina y pirita. Los esferulitos aislados aparecen distribuidos irregularmente sobre las superficies de las fisuras abiertas en el cuarzo jaseroideo que reemplazó a los carbonatos. En este caso, el núcleo de los esferulitos está constituido por sulfuros de hierro que contienen intercaladas películas de melnicovita.

c) Pirita. Acompaña a la calcopirita de la primera emisión de sulfuros junto con algo de marcasita. Forma cristales cúbicos, que pueden alcanzar varios milímetros de arista, incluidos en la calcopirita o dispersos en la ganga de carbonatos y cuarzo. Más importante es el depósito de pirita que sucede a la primera venida de minerales cupríferos, pues entonces los sulfuros de hierro constituyen la mayor parte de la mineralización. Aparecen en tres formas diferentes :

- formando filoncillos, atravesando los restantes materiales filonianos o el granito encajante, y siempre junto a la calcopirita.
- en costras drusiformes, tapizando las fisuras del cuarzo o los fragmentos de la brecha de carbonatos.

- incluida dentro de los nódulos de calcopirita y bornita.

Esta segunda venida de pirita es simultánea al depósito de los minerales primarios de uranio, cofinita y pezblenda dentro de los cuales aparece formando placas xenomorfas de tamaño muy variable, pero nunca mayores de 2 mm.

d) Calcopirita. Se presenta en placas informes y a veces en pequeñas secciones esferoedricas incluidas en los carbonatos. Tanto en unas como en otras están normalmente transformadas en productos cementados: bornita, calcosina y covalina. Los cristales pequeños son menores de 1 mm, pero las placas pueden alcanzar hasta varios centímetros de diámetro. En estas son muy frecuentes las estructuras flabeliformes y los crecimientos orientados de bornita y calcopirita, que aparecen recortadas por venillas de calcosina y cuprita en la zona de cementación.

Otra asociación muy frecuente entre la bornita y la calcopirita tiene por origen una deposición rítmica; este tipo de asociación debe ser posterior al depósito de la pezblenda y la cofinita. Estas asociaciones de bornita y calcopirita, de aspecto coloidal, forman nódulos que aparecen cubiertos en muchas ocasiones por costras formadas de cristales de marcasita.

e) Bornita. Es relativamente frecuente y acompaña siempre a la calcopirita. La asociación entre los dos minerales llega a ser tan íntima que a veces solo se reconoce por la aparición de manchas rojizas o amarillentas sobre la calcopirita y la bornita respectivamente. También la bornita puede tener color malva cuando lleva calcosina o covalina en solución. Lo más frecuente, sin embargo, es que la bornita, al igual que la calcopirita, esté transformada casi por completo en calcosina gris dentro de la zona supergénica formada por oxidación de los minerales primarios de cobre.

f) Carbonatos. El más abundante es la calcita, que puede ir acompañada de cantidades variables de dolomita. También es frecuente algo de siderita. Gran parte de los carbonatos del yacimiento aparecen disueltos, pero se conservan las estructuras reticulares debidas al reemplazamiento por la sílice.

g) Quarzo. Es la ganga más importante de este filón, en el que apa-

rece en tres venidas sucesivas. El cuarzo de la primera verida corresponde a un tipo blanco o hematítico, microcristalino o jasperiideo, que reemplaza frecuentemente a los carbonatos. Posteriormente aparece también en cristales mayores, que pueden medir hasta varios milímetros de longitud, dispuestos en peine sobre las paredes de los filoncillos y formando costras zonadas de cuarzo ahumado sobre las que se depositan los minerales posteriores.

El cuarzo de la segunda verida es siempre jasperiideo y generalmente hematítico y se depositó al mismo tiempo que los minerales primarios de uranio. Otras veces reúne los elementos de la brecha de cuarzo, calcita y sulfuros de cobre y de hierro más o menos alterados, o forma pequeños cristales piramidales, ahumados, junto a esferulitos de co~~fi~~nitita.

Una tercera verida de cuarzo mucho menos importante que las anteriores, impregna los materiales arcillosos que se formaron en el yacimiento como consecuencia de los movimientos de reajuste actuales o los fragmentos de los minerales secundarios formados a partir de los sulfuros de cobre. Finalmente existe una pequeñísima proporción de cuarzo microcristalino que rellena los huecos de las concreciones de malaquita y crisocola formadas durante la fase supergénica.

#### 2.5.2. Minerales supergénicos.

a) Torbernita. Aparece en cristales tabulares, de sección cuadrada u octaédrica, aislados o formando agregados de lámina entrelazadas o dispuestas en abanico. Los cristales octaédricos con caras son raros. El brillo varía de vítreo a nacarado, y el color de verde pardo al verde esmeralda. Los cristales son generalmente transparentes o translúcidos, rara vez opacos, y en alguna ocasión han llegado a medir 1 cm de arista, especialmente cuando forman drusas sobre las masas terrosas de limonita.

El análisis microquímico demuestra que muchos de estos cristales poseen cantidades variables de arsénico sustituyendo al fósforo, por lo que se pueden considerar variedades arsenicales. La torbernita es especialmente abundante en los niveles superiores, donde aparece muchas veces incluida en la malaquita o teñida por los óxidos de hierro.

b) Autunita. Es menos abundante que la torbernita, pero es frecuente a partir de los niveles inferiores al 75. Los cristales son tabulares de

sección cuadrada y nunca sobrepasan los 5 mm de arista. Forman agrupaciones de láminas entrelazadas, dispuestas en las fisuras de los minerales de cobre y están frecuentemente teñidas por los óxidos de hierro. En este caso son fluorescentes.

c) Oxidos negros. Con ellos se pueden relacionar las costras pulverulentas fuertemente radiactivas que se han encontrado en esta mina.

d) Sulfatos de uranio. Solo se ha encontrado la uranopilita. Es un mineral de neoformación que da lugar a eflorescencias de colores vivos, amarillo limón, sobre las paredes de las galerías, especialmente cuando existen próximas las costras de óxidos negros.

e) Calcosina. Es muy abundante, pues en las zonas supergénicas reemplaza generalmente a la calcopirita y a la bornita. Este reemplazamiento centrífugo se ha llevado a cabo a partir de una red de fisuras que atraviesa las grandes placas de calcopirita y bornita y en la que se ha instalado posteriormente el cuarzo acompañado de cuprita. La calcosina de este filón es de la variedad blanca, ortorrómbica, de baja temperatura pero la que acompaña a la pezblenda y a la cofinita suele tener un color azulado por llevar covalina en solución.

La calcosina se ha formado siempre por alteración supergénica de los minerales primarios de cobre. Cuando está dentro de la pezblenda o de la cofinita y parece entonces anterior a estos minerales, es porque estos se depositan alrededor de los cristales de calcopirita que ahora están transformados casi por completo en calcosina. Cuando es de cementación y posterior a los minerales primarios de uranio y cobre se encuentra rellenando los huecos y fisuras de las brechas de estos minerales. Este tipo de calcosina puede aparecer también asociado con la malaquita, crisocola y tenorita en la zona de oxidación.

f) Cuprita. Es muy frecuente y forma cristales pequeñísimos idiomorfos de sección octaédrica, color blanco-gris algo azulado y fuertes reflexiones internas de color rojo. La cuprita acompaña al cuarzo jasperoideo de última génesis que atraviesa en venillas a los sulfuros de cobre (calcopirita, bornita y calcosina) o a la limonita.

g) Tenorita. Es relativamente abundante en los niveles superiores,

donde aparece frecuentemente dispersa en la malaquita. Entonces forma placas que miden, como máximo 0,05 mm, constituidas por agregados laminares. La tenorita, dá lugar a costras pulverulentas, negras que tapizan fisuras del cuarzo o de los otros materiales filonianos, especialmente de los sulfuros de cobre.

h) Cobre nativo. Es posible encontrarlo incluido entre la limonita de los niveles superiores, en forma de placas pequeñas cuya sección es inferior a 0,1 mm. Esto es característico de las partes profundas de una montaña limonítica. Su origen está relacionado con la oxidación de la calcosina, así como con la abundancia de cuprita y tenorita de los niveles supergénicos.

i) Covelina. Es muy rara, solo se ven algunas laminillas aciculadas que crecen sobre los otros minerales de cobre, especialmente sobre la calcopirita, o dentro de la malaquita en formas puntiiformes, inferiores a 0,1 mm, junto a la tenorita.

j) Hematitas. En este filón es frecuente que la limonita, aparte de impregnar las rocas encajantes y los materiales filonianos llegue a formar masas concrecionadas botroidales de goetita. La limonita es dura pues está íntimamente mezclada con pequeñas cantidades de oligisto. El aspecto de la limonita en las zonas superficiales, donde está concrecionada y aparece con fisuras de retracción, es con frecuencia análogo al de la pezzblenda. La limonita se ha formado por acciones supergénicas y en ella se encuentran inclusiones de todos los minerales metálicos que forman el yacimiento, entre ellos los secundarios, cuprita y cobre nativo.

k) Silicatos, carbonatos y sulfatos de cobre. Los silicatos y carbonatos de cobre son muy frecuentes. La crisocola aparece en concrecciones arriñodas o costras terrosas, semitransparentes u opacas, de color verde a verde azulado y brillo graso. Frecuentemente está teñida por los óxidos de hierro y cuando tiene formas botroidales su superficie es de un color verde oscuro, casi negro.

La malaquita, es menos abundante y generalmente informe, pero a veces aparece en agregados esferoidales de estructura fibrorradiada, que incluyen fragmentos de crisocola y restantes minerales filonianos o cristales de cuarzo y torbernita. En ocasiones excepcionales se han visto también pe

peñas concreciones de azurita acompañando a la malaquita.

Tampoco es raro encontrar costras arrañadas de melanterita y calcan-tita de color verde y azulado que forman aflorescencias sobre los materia-les filonianos.

### 2.5.3. Caracteres metalogénicos.

a) Paragénesis y sucesión. La paragénesis de "La Virgen" es de tipo cupro-uranífero y corresponde a la de un yacimiento hidrotermal de baja temperatura. Es una paragénesis epitermal de pezblanda-cofinita y sulfuros de cobre, parecida a la de algunos yacimientos europeos :

Las relaciones entre la paragénesis y la sucesión se pueden expresar como :

1º) Fase cuprífera, con fracturación de la granodiorita, ya hematizada, y de los diques de aplita y de las porfiritas andesíticas. Depósito de primera venida de sulfuros de cobre y de hierro acompañados por el cuarzo y carbonatos.

2º) Fase uranífera, precedida de una ligera brechificación, depósito de los minerales de uranio, cofinita y pezblanda, acompañadas por una segunda venida de sulfuros de cobre y de hierro, y en especial de estos últimos y de cuarzo.

3º) Fase de oxidación, comienza con una dialocación de cierta intensidad y con la formación de abundantes productos arcillosos más o menos silificados. Empiezan a formarse los óxidos de cobre.

4º) Fase supergénica. Los movimientos de reajuste, relativamente importantes, favorecen la dispersión de los minerales secundarios de uranio, principalmente torbernita. Destaca la escasez de óxidos negros de uranio y la abundancia de silicatos de cobre.

b) La hematización. Ya se ha indicado que los procesos de hematización alcanzan gran importancia en el conjunto del yacimiento. El primero que se reconoce es anterior a la venida cupro-uranífera, pues la granodiorita estaba ya ligeramente hematizada antes de la formación de los diques de cuarzo. Otros dos procesos de hematización de menor intensidad tienen lu-

gar al mismo tiempo e inmediatamente después del depósito de minerales de uranio. Sin embargo no se han podido observar fenómenos de reducción análogos a los que existen en otros yacimientos españoles en el contacto entre los minerales primarios de uranio y los materiales filonianos previamente hematizados. El proceso de hematización más importante tiene por origen la fuerte alteración de los abundantes sulfuros de hierro y cobre de las zonas supergénicas, lo que ha dado lugar a la formación de una importante montera limonítica.

## 2.6. Muestras.

### 2.6.1. Origen.

Para la realización de los estudios se recibieron cuatro muestras procedentes de los niveles supergénicos y de cementación (A). Las cantidades estuvieron comprendidas entre 50 y 200 t por muestra.

El mineral según llegaba de la mina tenía una gran proporción de finos primarios, comprendidos entre el 15 y 20 %. Estos consistían de productos de alteración de naturaleza ferruginosa, arcillosa y sericítica. Entre los minerales gruesos predominaba el cuarzo, los feldespatos, la pirita, la calcopirita y la covalina.

El mineral tenía aspecto oscuro que oscilaba desde el pardo al negrozco.

Su densidad media era de 2,7 kg/l.

Las masas recibidas se prepararon según se indica en el capítulo 3. y se analizaron químicamente. De las cuatro muestras recibidas el mayor esfuerzo experimental se hizo sobre la muestra C que se consideró la más típica del yacimiento, y cuyo análisis mineralógico se indica luego.

### 2.6.2. Análisis químico.

Las muestras retiradas de cada una de las partidas A, B, C y D se analizaron químicamente para los elementos más importantes y espectrográficamente para otros componentes de menor interés. En la tabla 1 se indican los resultados obtenidos.

Es de señalar el elevado contenido en cobre (4,5 - 17,0 %) y aunque



Tabla 1. Composición (%) de los minerales de la Virgen.

| Componentes                             | Muestra |         |         |         |
|---|---------|---------|---------|---------|
|   | A       | B       | C       | D       |
| Análisis químico                        |         |         |         |         |
| $Al_2O_3$                               | 5,0     | 5,6     | 5,2     | 5,8     |
| $CO_3$                                  | -       | 0,2     | 0,3     | -       |
| $CaO$                                   | -       | 0,4     | 0,5     | 0,7     |
| $Cu$                                    | 17,6    | 7,05    | 4,56    | 6,11    |
| $Fe_2O_3$ (total)                       | 13,0    | 14,8    | 9,7     | 12,0    |
| $MgO$                                   | -       | -       | 0,5     | -       |
| $MnO$                                   | -       | -       | 0,2     | -       |
| $Na_2O$                                 | -       | -       | 0,7     | -       |
| $P_2O_5$                                | 0,7     | 0,6     | 0,3     | 0,5     |
| $SiO_2$                                 | 44,8    | 54,8    | 61,7    | 58,0    |
| $S$ (total)                             | 8,7     | 6,8     | 4,1     | 5,8     |
| $U_3O_8$                                | 0,400   | 0,093   | 0,106   | 0,056   |
| Pérdida calcinación<br>900 °C           | 5,8     | 8,1     | 7,2     | 6,4     |
| Análisis espectrográfico complementario |         |         |         |         |
| $B_2O_3$                                | -       | -       | 0,01    | 0,02    |
| $CoO$                                   | 0,02    | 0,03    | 0,01    | 0,03    |
| $Cr_2O_3$                               | < 0,004 | < 0,001 | < 0,004 | < 0,001 |
| $K_2O$                                  | -       | -       | 1       | 1       |
| $NiO$                                   | 0,08    | 0,02    | 0,005   | 0,01    |
| $SnO$                                   | -       | -       | 0,01    | < 0,01  |
| $TiO_2$                                 | < 0,05  | 0,2     | 0,1     | 0,1     |
| $V_2O_5$                                | 0,04    | -       | 0,02    | 0,02    |
| $As_2O_3$                               | -       | -       | -       | 0,1     |

la muestra de cementación fué la más rica y se puede considerar como excepcional, los restantes también tuvieron valores altos. Entre el 50 y el 60% del cobre estaba en forma oxidada. El mineral también tuvo bastante hierro (10-15 %  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ). El contenido en alúmina fué relativamente constante (5-5,8 %  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ). La ley en fosfatos fué baja pero podía originar problemas en el tratamiento de líquidos. El contenido en azufre total (4-8 % S) fué elevado y la mayoría de él estaba como sulfuros. La ley en uranio fué relativamente baja (0,1 %) aunque en la muestra de cementación fuese alta. La pérdida por calcinación (a 900 °C) fué relativamente elevada y se pudo deber a carbonatos y sulfatos.

### 2.6.3. Análisis mineralógico.

La muestra C se molió a 20- $\mu$  y se fraccionó para realizar el estudio mineralógico en diferentes tamaños. Los resultados obtenidos se indican en la tabla 2.

Cabe señalar además que la característica fundamental de la mena era una profunda alteración, tanto en lo que se refiere a los minerales de cobre, de entre los cuales la calcopirita solo estaba libre de alteración en un 25 %, como a los minerales de la ganga. Sobre estos hay que señalar que los feldespatos estaban parcialmente transformados en sericita y limonita; la piritita estaba recubierta de limonita en una proporción de aproximadamente el 30 % y la biotita y la moscovita estaban profundamente cloritizadas.

El uranio se encontraba en su mayor parte como torbermita, formando vetitas delgadas y ramificadas y como crecimiento en cavidades internas y fallas. Su textura era relativamente gruesa, pues se encontraban trozos de hasta 3 mm de espesor. Estaba asociada tanto a los minerales de tipo síliceo, como a los ferruginosos y cupríferos. Hay que señalar también que un 25 % del uranio existía en forma diseminada, bien formando hidróxidos asociados con la limonita de alteración o en forma de óxidos negros con los minerales cupríferos de concentración.

El cobre se encontraba tanto en forma de sulfuros, calcopirita, covalina y calcosina, como de minerales oxidados, constituidos fundamentalmente por tenorita, y en menor proporción por malaquita y azurita.

Tabla 2. Análisis mineralógico (%) de fracciones de la muestra C.

| Mineral                 | Tamaño       |                |                |
|-------------------------|--------------|----------------|----------------|
|                         | + 100- $\mu$ | 100/200- $\mu$ | 200/270- $\mu$ |
| Cuarzo                  | 30,0         | 27,0           | 28,0           |
| Feldespatos             | 22,0         | 23,0           | 23,0           |
| Biotita                 | 5,5          | 5,0            | 5,0            |
| Moscovita               | 1,0          | 2,0            | 2,0            |
| Pirita                  | 18,0         | 16,0           | 16,0 (a)       |
| Cuarzo micro cristalino | 5,0          | 5,0            | 5,0            |
| Limonita                | 0,5          | 6,5 (b)        | 6,0 (b)        |
| Calcopirita             | 7,0          | 4,0            | 4,0            |
| Covelina                | 4,0          | 5,0            | 6,0            |
| Tenorita                | 1,5          | 2,0            | 2,0            |
| Calcosina               | 2,0          | 1,0            | 1,0            |
| Malachita               | trazas       | trazas         | trazas         |
| Azurita                 | trazas       | trazas         | trazas         |
| Hawoodita               | trazas       | trazas         | trazas         |
| Chalcantita             | trazas       | trazas         | trazas         |
| Cobres grises           | trazas       | trazas         | trazas         |
| Torbernita              | trazas       | trazas         | trazas         |
| Metatorbernita          | trazas       | trazas         | trazas         |
| Autunita                | trazas       | trazas         | trazas         |
| Oxidos negros           | trazas       | trazas         | trazas         |

a) Con incrustaciones cupríferas en pequeña cantidad; b) Como goetita

#### 2.6.4. Apreciaciones previas para el tratamiento.

Debido a la profunda alteración del mineral no eran de prever exigencias fuertes para la molienda, sin embargo la presencia de finos primarios en gran proporción podían exigir un cuidado especial en la clarificación.

Como consecuencia de esa alteración también eran de esperar dificultades en la flotación directa pues el mineral sería rico en sales solubles y en las especies oxidadas.

La lixiviación alcalina no era aconsejable debido al elevado contenido en sulfuros que interferirían con la misma. La lixiviación ácida podría realizarse aún a costa de un consumo de ácido relativamente alto, esto permitiría además disolver el cobre oxidado y limpiar las superficies de mineral. Este tipo de lixiviación se adaptaría además al diagrama de la instalación que dió origen al problema.

## **CAPITULO III**

# **TECNICAS EXPERIMENTALES**

### 3. TECNICAS EXPERIMENTALES.

En este capítulo se consideran las manipulaciones a que se sometió el mineral como fase previa a su análisis y estudio en el laboratorio y planta piloto. Se indican los equipos y métodos operatorios seguidos en el laboratorio, así como los circuitos empleados en los ensayos de planta piloto y las características de sus máquinas. Se mencionan brevemente los métodos de control analítico y por último se discuten los sistemas de diseño y análisis de experiencias.

#### 3.1. Preparación del mineral.

##### 3.1.1. Muestras recibidas.

Como ya se ha indicado antes se recibieron cuatro muestras :

- una A, de 50 t procedente de la zona de cementación.
- otra B, de 65 t procedente de la zona de alteración, y
- otra C, de 200 t, que junto con la anterior se podrían considerar como representativas del cuerpo principal del yacimiento.
- una final, D, característica de los niveles inferiores más pobres en uranio.

El esfuerzo experimental mayor se hizo con las muestras B y C. En esta memoria se recogen fundamentalmente los resultados logrados con esta última.

##### 3.1.2. Muestreo.

Los estudios se trataron de realizar sobre una muestra representativa del material recibido. Por ello se trataron mecánicamente en una instalación de muestreo automático que consta de tres etapas sucesivas de reducción de tamaño y muestreo.

El esquema de dicha instalación se indica en la figura 3. El mineral se recibía en una era de almacenamiento, desde donde se alimentaba a una rejilla que tenía una separación de 50-mm. El mineral fino pasaba a una tolva inferior. El material grueso se alimentaba a una machacadora de mandíbulas con boca de 300 x 200 mm y provista de motor de 12 CV. El producto resultante caía a la tolva juntándose con los finos. Desde esta tolva se alimentaba una cinta transportadora de 350 mm de anchura que alimentaba un elevador de cangilones que subía el mineral a una tolva cónica de 2,2 m<sup>3</sup> de capacidad.

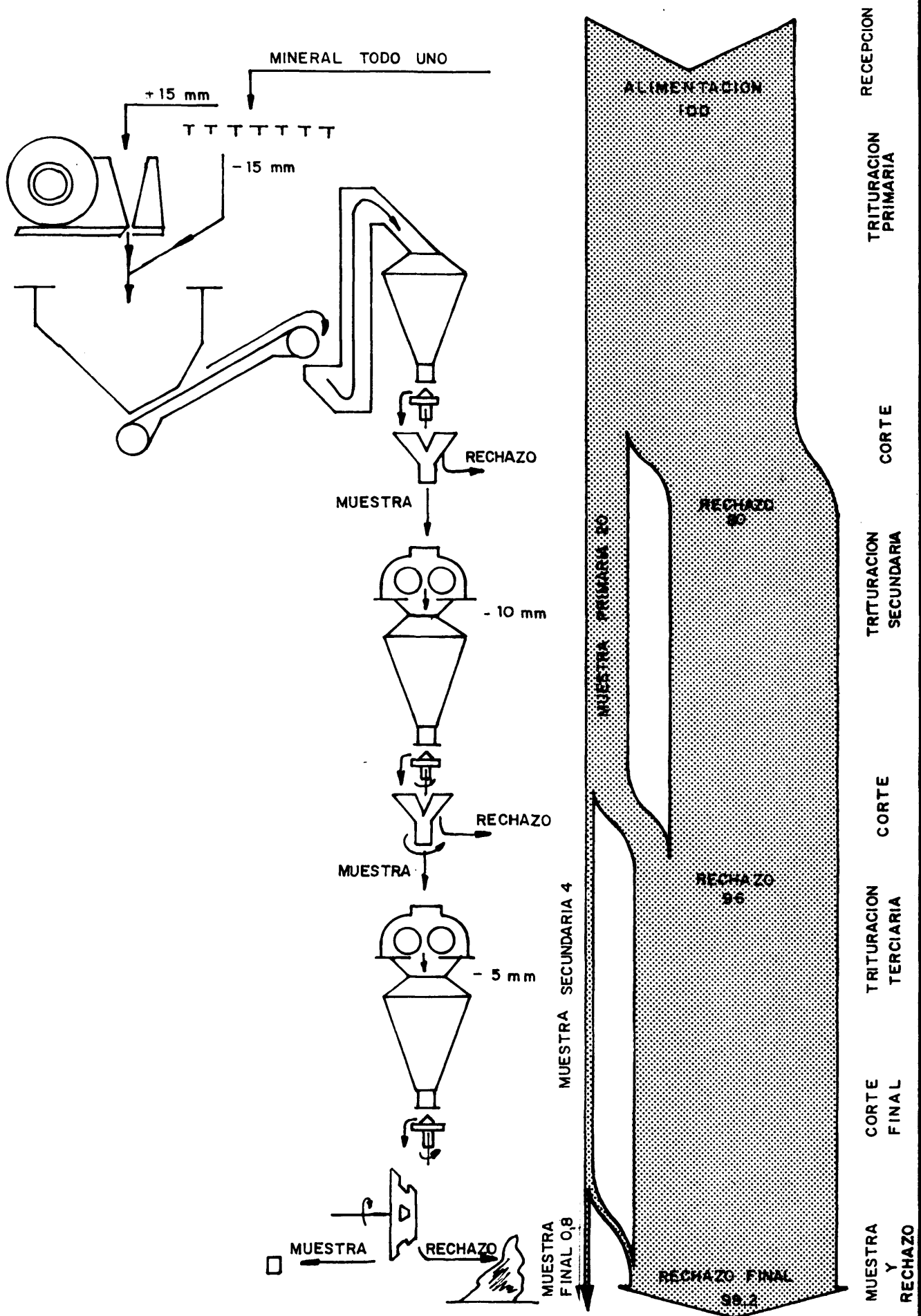


FIG. 3 .—INSTALACION DE MUESTREO MECANICO

Desde la tolva el mineral fluía por gravedad en todo el circuito de muestreo. La tolva estaba cerrada en su parte inferior por un alimentador de disco de 750 mm de diámetro que giraba a velocidades comprendidas entre 10 y 30 rpm. Solidario con este alimentador giraba un desmuestrador Vezin de 1.000 mm de diámetro provisto de cuatro brazos, cuya área equivalía al 20 % de la del círculo barrido por los mismos. La muestra tomada (20 %) pasaba a un triturador de cilindros de 450 mm de diámetro por 300 mm de longitud, accionado por dos motores de 5 CV/u donde se trituraban a 10-15 mm. Luego el producto caía a una tolva cónica de 0,7 m<sup>3</sup>. El rechazo del desmuestrador llevaba su propio camino y por una chimenea iba a la cinta de rechazos que los llevaba al exterior.

Un alimentador de disco de 400 mm de diámetro que giraba entre 20 y 40 rpm, alimentaba a un desmuestrador Vezin que se movía solidario con el anterior. El desmuestrador tenía un diámetro de 500 mm y cuatro brazos formando ángulo de 90°, entre los cuatro brazos tenían un área equivalente al 20 % del círculo generado por los mismos en su giro. La muestra tomada equivalía al 20 % de la alimentada a este paso o al 4 % del mineral original. Esta muestra caía a un triturador de cilindros de 200 mm de diámetro por 130 mm de longitud, accionado por dos motores de 2 CV/u, el producto resultante salía a un tamaño inferior a 5-6 mm y caía a una tolva de 100 l. El rechazo de la muestra se juntaba con el del primer paso en la chimenea de rechazos.

Un tercer alimentador de disco, igual al indicado en el punto anterior, alimentaba un desmuestrador Snyder con diámetros de 360 y 700 mm y 150 mm de altura. La superficie de muestreo equivalía al 20 % de la superficie de la zona esférica del desmuestrador. La muestra, aproximadamente el 0,8 % de la alimentación original, estaba lista para pasar al laboratorio de preparación final de muestras. El rechazo 3,2 % del material original se guardaba como muestra de reserva.

La muestra final 400 á 1600 kg se mezclaba manualmente y mediante un divisor Jones se cuarteaba hasta un tamaño de unos 25 kg. A este tamaño las muestras se envasaban en sacos de polietileno que se cerraban por fusión a fin de evitar su alteración superficial. Luego se tomaban uno o varios de estos sacos y se pasaba a la preparación para análisis o ensayos, 3.1.3.



### 3.1.3. Preparación final para ensayos de laboratorio.

En esta etapa el mineral se reducía gradualmente de tamaño con el fin de alcanzar los adecuados en cada fase de ensayos. También se consideraban en la misma, la molienda, la homogeneización y el muestreo con vistas al análisis tanto del mineral de alimentación, como de las fracciones de tamizado, concentración o residuos de lixiviación.

La muestra final de 5-6 mm, se trataba de reducir toda ella a -10-m (1,65 mm) produciéndose el mínimo de finos. Para ello se tamizaba el mineral sobre el tamiz indicado y los gruesos se pasaban por una trituradora de cilindros, de 200 mm de diámetro por 130 mm de longitud, con dos motores de 2 CV/u, con los cilindros relativamente juntos. El producto se tamizaba, los finos se juntaban con los anteriores y los gruesos se moliden de nuevo. La operación se repetía y los cilindros se aproximaban a medida que disminuían la producción de cernido. Cuando estaba molido todo el producto se mezclaba bien pasándolo repetidas veces por un tamiz grueso (5-mm) y un cuarter dar.

Del producto preparado se sacaban muestras para ensayos de molienda ( $\sim 2$  kg), de flotación ( $\sim 0,6$  kg) y de lixiviación (unos 25 kg que se reducían luego de tamaño). La representatividad de estas fracciones estaba asegurada ya que según Richards (234), los pesos mínimos necesarios para asegurar la misma a tamaños de :

5 mm, 10-m (1,65 mm), 20-m (0,833 mm), 35-m (0,417 mm) y 48-m (0,295 mm)

son respectivamente :

15 kg, 0,6-2 kg, 0,15-0,5 kg, 40-120g y 20-60 g

para minerales de baja ley como los que tenemos en consideración.

La preparación de las muestras para lixiviación se hacía también en circuito cerrado como antes. Se tomaba un tamiz, generalmente de 48-m que era al tamaño con el que más se trabajó, se tamizaba el material de -10-m. Los finos se apartaban y los gruesos se moliden en un molino de discos de carburo. Este molino tenía los discos de 280 mm de diámetro, y giraban a 2000 rpm, su separación se podía graduar en función del tamaño de molienda, el accionamiento era por un motor de 4 CV. El producto resultante se tamizaba apartando los cernidos y remoliendo los gruesos. La operación se repetía

hasta que todo el mineral estaba molido al tamaño deseado.

Una vez molido todo el mineral, se realizaba la mezcla pasando el mineral por un tamiz de 20- $\mu$  y cuarteándolo sucesivamente. Luego, mediante un divisor Jones, se procuraban obtener muestras de unos 1,3 kg que quedaban como reserva una vez encerradas en bolsas de plástico, o se alimentaban a un demostrador rotatorio que permitía sacar fracciones más pequeñas. Este demostrador constaba (fig. 4) de un alimentador vibratorio regulable que dosificaba sólidos a una velocidad aproximada de 50 g/min y un cuerpo que giraba a 20 rpm. Este cuerpo llevaba 12 cazolitas que recogían la muestra al pasar por debajo de la vena descendente de mineral. Otra unidad tenía seis de estas cazolitas. Las muestras recogidas están formadas por la suma de muchas fracciones, más de 200, y se podían considerar representativas. Los productos de cada pocillo (100 ó 200 g según el caso) se colocaban en bolaitas de plástico cuyo cierre se retrasaba hasta la determinación de la humedad.

La determinación de la humedad se hacía sobre dos de las fracciones anteriores. Se realizaba por calefacción hasta peso constante. Conocida la humedad las bolsas se ajustaban a un peso equivalente a 100-200 g secos y se cerraban quedando dispuestas para ensayos.

La preparación final de la muestra para análisis se hacía tomando una de las muestras anteriores y moliéndola a -200- $\mu$  (74 micras). Esto se hacía en un molino vibratorio de discos de la casa N. V. Tama, tipo TM 250 equipado con motor de 1 CV. Un tiempo de preparación de 1 min era suficiente para lograr el tamaño indicado. Luego la muestra se mezclaba pasándola varias veces por un tamiz de 100- $\mu$  (147 micras) y luego se sacaban seis fracciones para análisis utilizando el demostrador giratorio.

En la preparación de los productos, de concentración o lixiviación, para análisis se seguía un procedimiento parecido. Primero se sacaba una muestra de menos de 100 g. Luego se molía y finalmente se muestreaba. En ocasiones, en que la masa de producto era muy pequeña se utilizaba toda ella. Siempre que se podía la molienda se hacía como se ha indicado. La recuperación de producto en la molienda Tama era superior al 99,5 %.

Para los estudios de mineralogía la muestra se preparaba según se ha indicado y en función del tamaño a estudiar pero luego se sometía a un frac-



Fig. 4. Muestreo de laboratorio.



Fig. 5. Determinación  
de las características  
de molienda.

cionamiento por análisis de tamizado húmedo según la técnica que se indica luego (3.2.1.). Cada una de las fracciones granulométricas se secaba y se envasaba por separado. Los análisis se realizaban sobre estas fracciones par-ciales.

#### 3.1.4. Preparación para ensayos en la planta piloto.

La alimentación a la planta piloto estaba constituida por los rechazos de la instalación de muestreo, es decir que todo el material era inferior a 50-mm y además había un mínimo del 20 % inferior a 15-mm. Este mineral se almacenaba, procurando crear un frente lo suficientemente amplio para que al tomar luego el material transversalmente al mismo, las tomas fueran relativamente homogéneas.

Los rechazos del último corte de muestreo tenían tamaño más fino, 100 % inferior a 5-6 mm. Constituían la reserva para estudios. También se utilizaron a veces para ensayos de molienda continua a pequeña escala.

Las operaciones que se realizaban en la planta piloto tenían lugar sobre mineral fino, 100 % inferior a 35-m ó a 48-m. Por ello como paso precedente a todas ellas se hacía una molienda continua en húmedo que se discute con detalles en 7.1. Hay que señalar sin embargo que antes de esta molienda se hacía una preparación en seco. El circuito para la misma estaba en el conjunto de degradación de tamaño y consistía en:

- a) Una tolva de recepción de 0,5 m<sup>3</sup> que alimentaba a
- b) Un elevador de cangilones que elevaba el mineral a
- c) Un tamiza vibratorio de 500 x 1000 mm provisto de malla de 18-m, accionado por motor de 1,5 CV, y cuyos finos caían en una tolva de almacenamiento de 5 m<sup>3</sup> y los gruesos caían en
- d) Un triturador giratorio de 250 mm de boca provisto de motor de 15 CV y que giraba a 600 rpm. El producto molido caía a la tolva del elevador y se cerraba el circuito.

Desde la tolva el mineral se alimentaba al molino mediante un alimentador de cinta de 2000 x 400 mm, provisto de variador de velocidad y motor de 2 CV.

#### 3.2. Técnica de laboratorio.

En este apartado se trata de resumir las técnicas experimentales empleadas en el laboratorio. En la descripción de todas ellas se sigue una misma

marcha, empezando por enunciar la meta que se pretendía alcanzar o la problemática ligada a la misma, los medios o equipo utilizado, los reactivos o sustancias empleadas, y la forma operatoria. En la presentación se ha seguido el orden en que luego aparecen en la investigación, la flotación se ha dejado para el final, ligándola más bien a la recuperación de subproductos que al tratamiento del mineral original.

### 3.2.1. Ensayos de molienda y tamizado.

En un estudio de molienda los parámetros cuya medida interesan son aquellos que permiten :

- determinar el tamaño del molino
- calcular la potencia necesaria para accionar el molino y lograr la molienda requerida.

Junto a esto se podría pensar también en seleccionar el tipo más adecuado de máquina y determinar las características que se podrían esperar en el producto resultante de la molienda. No obstante, la primera de estas posibilidades está muy limitada pues la industria, con la práctica establecida y los aparatos normalmente disponibles en el comercio, ya condicionan el tipo de circuito a emplear. En el caso que nos ocupa se podía dar por descontado uno que tuviese molienda húmeda en un circuito cerrado de molino de bolas y clasificador.

Las exigencias de molienda dependen de la operación a realizar sobre el mineral molido (lixiviación o flotación) y por ello la molienda fué una de las variables que se consideró en el estudio de esas operaciones. La información sobre la granulometría y características de producto de molienda, se trató de lograr combinando una serie de técnicas : molienda con bolas en circuito abierto, molienda con barras en circuito abierto o en pruebas cíclicas cerradas con un tamiz. El estudio se completaría por la comparación con los resultados de los ensayos a escala de planta piloto en marcha continua y en circuito cerrado.

De las técnicas experimentales empleadas para el dimensionado de molinos la más utilizada es la que determina el índice de trabajo por el método de Bond (192). Este método exige un equipo especial (193) del que desgraciadamente no disponíamos. Por ello se utilizó otra técnica desarrollada por

la Denver Equipment Co. (194) y que se hallaba normalizada en la Junta de Energía Nuclear (195). Los detalles sobre la misma se indican luego. La extrapolabilidad a escala mayor se basa en la experiencia de la firma indicada, que es constructora de molinos y que ha establecido los parámetros empíricos que sirven para esta extrapolación.

a) Equipo. Los ensayos relativos a la determinación de las características de molienda y dimensionado de equipo, se realizaron (fig. 5) en un molino de bolas de 304 mm de diámetro y 125 mm de longitud cargado con 18 kg de bolas. El molino giraba a 43 rpm y estaba accionado por un motor de 0,25 CV, un reductor de velocidad y una transmisión por poleas.

Los ensayos tendientes a obtener información sobre granulometría se hicieron en un molino de barras de 180 mm de diámetro y 360 mm de longitud que tenía una carga de 26,2 kg equivalentes al 41,6 % del volumen del molino. La distribución de las barras era :

|    |           |                |
|----|-----------|----------------|
| 15 | barras de | 340 x 16 mm,   |
| 10 | barras de | 340 x 19 mm,   |
| 4  | barras de | 340 x 25 mm, y |
| 1  | barra de  | 340 x 37 mm    |

El molino giraba a 46 rpm (45 % de la velocidad crítica) y estaba accionado por un motor de 0,33 CV con transmisión, por una polea y un reductor corone-tornillo sin fin. El molino podía bascular durante el funcionamiento alrededor de la horizontal, a fin de evitar la acumulación de mineral sin moler en uno de sus extremos.

Otros materiales utilizados en los ensayos de molienda fueron los corrientes, de cubos, probetas, balanzas, etc., así como también un secudidor mecánico de tamices, marca Rot-up provisto de una serie normal de tamices Tyler de 200 mm de diámetro.

b) Operación. Los ensayos para determinación de las características de molienda se hicieron sobre 2 kg de mineral triturado hasta que todo él pasase por 10-m (1,65 mm). El mineral se cargaba en seco al molino y se le agregaba agua (857 cc) para tener una concentración de sólidos, en peso, de aproximadamente al 70 %. Cuando era necesario, o se ensayaba, se le añadía también cal para tener un pH final neutro o de valor prefijado. Se cerraba el molino y se ponía en marcha dejándolo girar el tiempo de ensayo preestablecido.

Al final del ensayo se le agregaba más agua, (4210 cc), hasta alcanzar una concentración de aproximadamente al 30 % en sólidos. Se dejaba girar 10 vueltas y se retiraba el material del molino. Por último el molino y las bolas se lavaban completamente, juntando la pulpa a la resultante de la molienda.

Para controlar el ensayo se tamizaba en húmedo sobre el tamiz de 200-m (74 micras). Los rechazos se secaban hasta peso constante y después se tamizaban en seco según la técnica que se indica luego en este mismo apartado. Cuando el ensayo tenía por fin la determinación de la curva de molienda, los productos finos no se recogían; en otras ocasiones estos finos se fraccionaban por el tamiz de 270-m (53 micras) y se cicloneaban para hacer un corte a 5 - 10 micras.

En la molienda con barras se utilizaban del orden de 600 g de mineral por carga. El mineral estaba también triturado todo él a menos de 10-m. Se le agregaba agua (~ 257 cc) para tener una concentración en sólidos del 70 %. Se ponía en marcha para alcanzar el tiempo de molienda establecido y luego se paraba. Durante la marcha el molino se basculaba 5° arriba o abajo del eje horizontal, la frecuencia de basculación dependía del tiempo de molienda pero correspondía a períodos equivalentes al 6-12 % de la duración de la molienda. Al final de esta se sacaba la pulpa, por gravedad en su mayoría, y el molino y las barras se lavaban, sacando éstas para recuperar todo el material. El control de tamizado era semejante al que se ha indicado para el molino de bolas.

Cuando se realizaban pruebas de molienda cíclica, o semejando un circuito cerrado de molino-clasificador, el procedimiento variaba. Existía una parte común con la descrita anteriormente pero al final se tamizaba el producto por el tamiz que cerraba el circuito, 48-m (295 micras). Los finos se retiraban de la operación pero los gruesos se secaban y pesaban, luego con mineral nuevo se reponía su peso hasta alcanzar el de la carga original, se mezclaban y se agregaban de nuevo al molino repitiendo el ciclo.

El análisis de tamizado se realizaba con el fin de obtener fundamentalmente la distribución granulométrica del mineral o productos de tratamiento, otras veces las fracciones separadas se utilizaban para estudio mineralógico o incluso para determinar la distribución del metal según tamaños. Se empleó una serie de tamices Tyler con aberturas relacionadas según una razón de  $\sqrt{2}$ .

Como aparecen frecuentemente en el texto la enumeración de tamiz, que la simplificamos a Cifra-m, indicando -m mallas Tyler, se incluye a continuación la serie normal referida y sus aberturas, micras, entre paréntesis :

8-m (2.362); 10-m (1.651); 14-m (1.168); 20-m (833)  
28-m (569); 35-m (417); 48-m (295); 65-m (208)  
100-m (147); 150-m (104); 200-m (74) y 270-m (53)

La técnica operatoria consistía en pasar inicialmente la muestra por el tamiz de 200-m o de 270-m, esto se hacía en húmedo y con adición de agua para que los gruesos quedasen limpios de finos. Esta precaución era necesaria pues si una muestra seca se tamizaba directamente, parte de los finos quedarían pegados sobre los gruesos y la operación resultaría falseada. Para facilitar la separación de las lamas se agregaba un dispersante, generalmente Aerosol OT; los finos arrastrados por el agua se recogían, flocculaban y filtraban. El rechazo húmedo de la separación anterior se secaba y luego se tamizaba por la serie prevista en cada caso; en ocasiones, cuando la muestra era muy grande, se tomaba una fracción, cuyo peso mínimo estaba en relación con el tamaño de la partícula mayor. Los productos de las diferentes fracciones se pesaban y se referían a la alimentación original. El tiempo de trabajo en el sacudidor era de 15 min por operación.

o) Explotación de los resultados. Los resultados de la molienda en molino de bolas, cerridos por 200-m frente a tiempo de molienda, se comparaban con una curvas tipo de mineral. El caso problema se asimilaba a uno de los patrones conocidos. Estas curvas tipo permitían encontrar un coeficiente (f) de molienda que dependía del mineral y del tamaño que se quisiese alcanzar para la molienda. En el apartado 6.1.2. se discuten los resultados experimentales y además hemos elaborado gráficas para la determinación directa de molinos. Aquí, sin embargo, podemos adelantar que :

- la capacidad del molino (t/24 h) depende del coeficiente de molienda (f), del diámetro del molino (D, ft) y de la longitud del molino (L, ft), según la fórmula :

$$Q = f \times D^{2,7} \times L$$

- la potencia requerida por unidad de longitud (CV/ft) está relacionada con el diámetro por :

$$W/L = 1,85 \times 10^{-1} \times D^{2,5}$$

Los resultados del análisis de tamizado se trataron de representar se-



gun al modelo de Rosin, Remmler y Sperling (196). Sin embargo, la gráfica de la norma original se ha ampliado con el fin de lograr más información en nuestra zona de trabajo.

### 3.2.2. Sedimentación y espesamiento.

La separación de sólidos y líquidos se presenta en varios puntos del proceso de tratamiento de minerales de uranio (1.2.3.2.). Para ello se recurre muy frecuentemente a espesadores o decantadores. Las magnitudes que interesa determinar para su dimensionado son :

- el área unitaria
- la altura del espesador
- el tipo y dosis de floculante
- la calidad, clarificación, de los reboses
- las características, sólidos, de la descarga

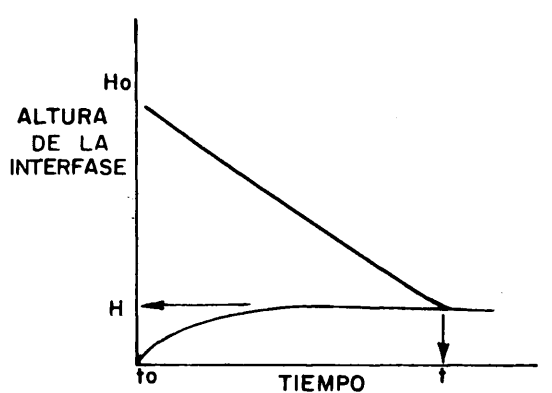
Estas magnitudes son función fundamentalmente del tipo de mineral, de la finura de la molienda, de la naturaleza del líquido, de la temperatura, y en gran medida de la presencia de floculantes.

Antes de pasar adelante en la determinación de los parámetros indicados se va a considerar con algún detalle la sedimentación de pulpas ya que ésta influye en la forma de programar los ensayos. El comportamiento de las suspensiones diluidas y concentradas en sólidos es muy diferente. Las primeras son más simples y tienen más importancia las partículas separadas; en la observación de las mismas frente al tiempo, se distinguen dos zonas (fig. 6), una interfase líquido claro-líquido turbio que desciende a velocidad fija y otra interfase líquido turbio-sedimento que asciende gradualmente. Para las segundas cabe distinguir una zona de líquido claro en la que se puede producir la sedimentación libre de algunos sólidos, una zona de velocidad ( $-dH/dt$ ) constante característica de la pulpa, una zona de compresión en que la velocidad de sedimentación disminuye,

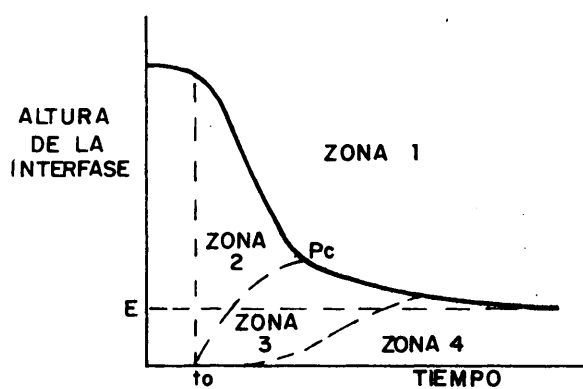
$$(-dH/dt) = K(H-E)$$

y está gobernada por la extrusión del agua de los capilares, y por último una zona de compactación en la que prácticamente han desaparecido los capilares y la pulpa es una fase continua.

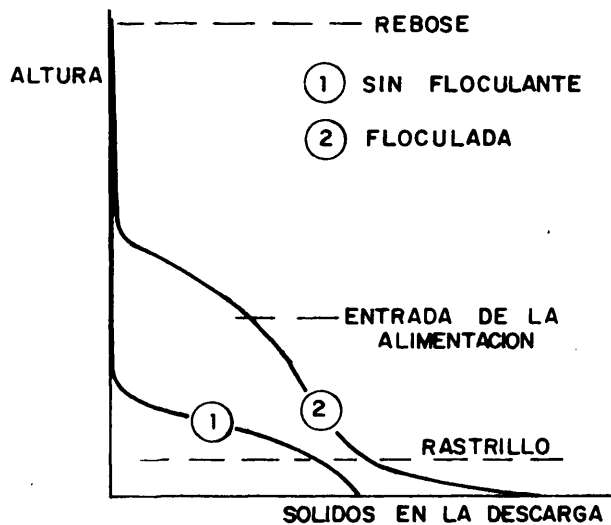
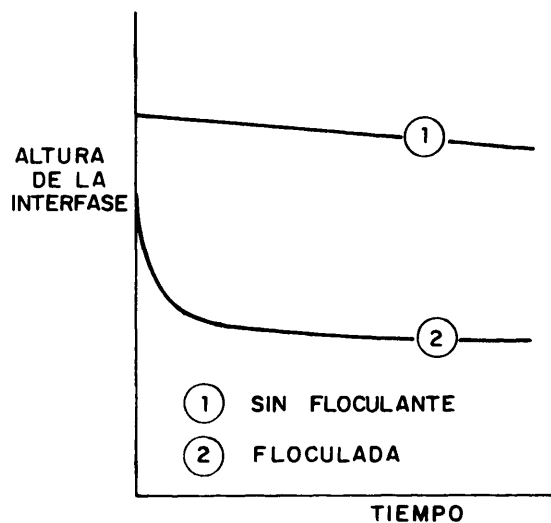
La sedimentación está muy influenciada por la presencia de floculantes. Estos son productos que provocan la aglomeración de las partículas simples en



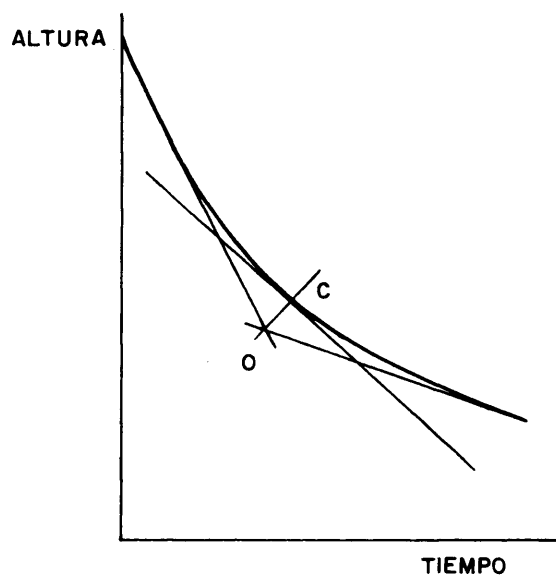
**SEDIMENTACION DE PULPAS DILUIDAS**



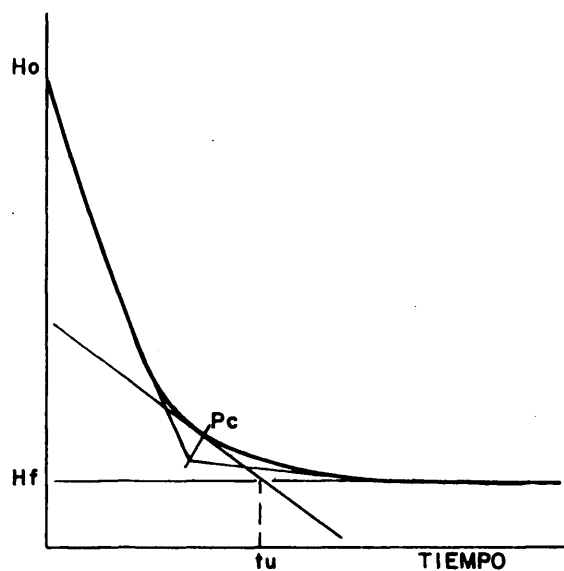
**SEDIMENTACION DE PULPAS CONCENTRADAS**



**SEDIMENTACION DE PULPAS FLOCULADAS**



**DETERMINACION DEL PUNTO CRITICO**



**CONSTRUCCION DE TALMAGE Y FITCH**

**FIG. 6 .—SEDIMENTACION DE PULPAS.**

agregados mayores que sedimentan mejor y dejan líquidos más claros, en consecuencia se requieren menores áreas de sedimentación. La presencia de floculantes modifica grandemente el comportamiento. En la figura 6 se recoge la sedimentación de una pulpa sin y con floculantes. También tienen influencia en la distribución de sólidos en el espesador; en la misma figura 6 se indican las distribuciones para pulpas sin flocular y floculadas. Todo esto indica que en el estudio de los sistemas de sedimentación con floculantes hay que considerar a estos como un factor de primera importancia.

Como se ha dicho antes una de las magnitudes características del espesador es su área. Ella condiciona en gran medida la clarificación. Su valor debe ser suficiente para que la velocidad ascendente del líquido claro sea inferior a la velocidad de caída del sólido. Por balances se ve que el área necesaria es :

$$A = Q \left[ (F - Q) / \rho R \right]$$

en donde,

- A = área unitaria,  $m^2/t/d$
- Q = flujo unitario de sólidos,  $t/d$
- F = dilución en la alimentación,  $t_l/t_s$
- D = dilución en la descarga,  $t_l/t_s$
- R = velocidad de sedimentación,  $m/d$
- $\rho$  = densidad del líquido,  $t/m^3$

La altura del espesador es la suma de la zona de líquido claro, 0,6 m; de la zona de clarificación, otros 0,6 m; de la zona de compresión que se calcula, aunque está comprendida normalmente entre 0,7 y 1 m; y de la zona de rastrillado o compactación que suele ser el 66 % de la altura de los rastrillos. De acuerdo con esto la única zona que se determina es la de compresión o espesamiento; debe tener un volumen suficiente para que la retención de la pulpa en la misma desde que entra en ella,  $t_c$  punto crítico, hasta que sale  $t$  permita el espesamiento deseado. En la zona de espesamiento se pueden imaginar una sucesión de pulpas con relación (D) de líquidos a sólidos variables. Por consiguiente el volumen de dicha zona resultará de integrar el volumen ocupado por los sólidos retenidos en la misma y el líquido a ellas ligado. Es decir,

$$V = \left[ Q (t - t_c) / \eta \right] + \int_{t_c}^t D (Q / \rho) dt$$

en donde,

$t$  = tiempo de la descarga contado desde el origen  
 $t_c$  = momento en que se alcanza el punto crítico  
 $\eta$  = densidad real de los sólidos

Para integrar el segundo miembro se puede considerar un valor medio de  $D = (L/S)$ , con lo que,

$$v = \left[ (1/\eta) + (L/S\rho) \right] q(t - t_c)$$

Los problemas que se presentan en la aplicación de estas fórmulas son :

- por una parte ¿qué valor hay que tomar para  $R$ , pues la velocidad no es constante en el período entero de sedimentación?, y
- por otra parte, cuál es el valor de  $t_c$ , es decir ¿cuándo deja de haber sedimentación para pasar a espesamiento? y ¿cuándo tiempo debe estar en espesamiento?.

Ambas incertidumbres van muy ligadas. La primera aproximación experimental para solucionar el problema se debe a Cos y Clevenger (197) quienes opinan que tanto la sedimentación como el espesamiento son función de la concentración de sólidos en la pulpa que sedimenta o que se espesa. En consecuencia si se hacen ensayos con pulpas de distintas concentraciones iniciales en sólidos, de valor inferior a la del punto crítico para la determinación del área o superior a la misma para la determinación del volumen, se podrán calcular  $R$ ,  $t_c$  y  $t$ . Substituyendo luego en las fórmulas y comparando las cifras obtenidas se elegirá el valor más alto, pues sería el que condicionase al proceso.

El método de Cos y Clevenger requiere muchos ensayos, cada uno a dilución diferente. Kynch demostró (198), sobre la base de que la velocidad de decantación sea solo función de la concentración local en sólidos, que a partir de una sola curva de decantación se puede encontrar la velocidad de decantación para cada dilución comprendida entre la de la alimentación y la de extracción. Para hallar la velocidad de sedimentación que correspondería a una pulpa de concentración uniforme  $C_1$  mayor que la concentración  $C_0$  utilizada en el ensayo se halla la altura correspondiente,

$$H_1 = (C_0 H_0 / C_1)$$

y se traza la tangente a la curva de decantación; la pendiente de la misma

dá la velocidad. Esto se puede repetir para otras diluciones y substituir luego en la fórmula de Coe y Clevenger para hallar el área máxima.

Talmage y Fitch ( 199 - 200 ) avanzaron más en este desarrollo y demostraron que con una construcción gráfica se puede encontrar directamente el área correspondiente a cada tangente. Para ello basta hallar ( fig. 6 ) un tiempo ( $t_u$ ) correspondiente a la intersección de la pendiente en cuestión y la altura ( $H_0$ ) correspondiente a la concentración de descarga ( $C_0$ ). El área unitaria vendrá dada por la fórmula,

$$A = t_u / (C_0 H_0)$$

y como todas las curvas de sedimentación con floclulantes son cóncavas hacia arriba, el área unitaria máxima estará dada por la tangente en el punto crítico.

En este método, como en el de Coe y Clevenger queda la imprecisión de la situación del punto crítico, Couche y Goldney vieron ( 200 ) que el punto crítico se podía hallar prolongando los tramos rectos de sedimentación y espesamiento que se presentan en todas las pulpas flocluladas y trazando por el punto de intersección la normal a la curva. Los valores obtenidos de esta forma a partir de ensayos discontinuos coinciden con los resultados de la marcha continua.

Para dimensionar el volumen o altura de la zona de compresión el mejor método es el de Coe y Clevenger o la aproximación de Roberts ( 201 ) basada en que la forma de la curva de compresión sugiere un comportamiento logarítmico,

$$(-dD / dt) = K (D - D_{\infty})$$

donde,

D = la dilución al tiempo t  
D<sub>∞</sub> = dilución a tiempo infinito, y  
K = una constante de velocidad

La función integrada,

$$\ln \left[ (D - D_{\infty}) / (D_0 - D_{\infty}) \right] = K (t - t_c)$$

es una recta en coordenadas semilogarítmicas que permite determinar el tiempo de retención t y de allí el volumen.

a) Equipo. El equipo necesario es muy elemental, bastaría con unas probetas graduadas, vasos y un cronómetro. En la realización de los ensayos se utilizaron 6 tubos de 60 x 500 mm, contruidos exprofeso para esto, y que tenían pegada una escala en milímetros. Los tubos se calibraron frente a la altura a fin de poder hallar, fundamentalmente, el volumen de sedimento y también facilitar el manejo de la pulpa por control de altura en lugar de volúmenes. La capacidad media de estos tubos era de 1500 ml. El conjunto se disponía sobre un soporte, figura 7. Se tenía un tapon ancho de goma para homogeneizar la pulpa. El resto del equipo era convencional de laboratorio, vasos, matraces, probetas, etc.

b) Operación. El procedimiento experimental consistía en preparar una pulpa del mineral o producto a ensayar y que podía proceder de la molienda directa, del clasificador de la planta piloto, de la flotación o de la lixiviación. Esta pulpa se diluía con agua o líquido de lavado hasta un volumen tal que al agregar la dosis de flocculante con su líquido de dilución quedase una pulpa con el 20 % de sólidos en peso; si la suspensión original estaba más diluida se dejaba espesar pues siempre se tendió a trabajar con una concentración inicial del 20 % en sólidos. La suspensión resultante se homogeneizaba bien antes de agregar el flocculante.

El flocculante se preparaba como solución madre de 10 g/l que se podía almacenar de uno a tres días si era natural o hasta dos semanas si era sintético. Para alimentarlo se diluía a 0,5 g/l, utilizando para ello el líquido del medio a espesar o el de lavado. La cantidad, calculada en función de la dosis y de los sólidos en el tubo, se preparaba en vasos independientes para cada ensayo. Luego se iniciaba la prueba de sedimentación bien agitando solemente el tubo y dejando decantar, si no se requería flocculante o agregándose este. La adición del flocculante se hacía en tres veces y entre cada una de ellas éste se dispersaba en la pulpa, invirtiendo suavemente el tubo varias veces, la cámara de aire existente entre la pulpa y el tapon de goma facilitaba la mezcla. La última inversión se consideraba como tiempo cero y a partir de él se leían las interfases y los tiempos; la última lectura se hacía para 19 h de retención. Un conjunto de formas y la práctica permitía hacer varios ensayos simultáneamente

Los datos experimentales se representaban gráficamente. A partir de la curva se determinaba el tiempo unitario que servía para el cálculo del



Fig. 7. Tubos de sedimentación.



Fig. 8. Ensayos de lixiviación.

área unitaria por el método de Talmage y Fitch, fig. 6. Si la concentración alcanzada por la pulpa a las 19 h era próxima al valor deseado no se calculaba la altura sino que se admitía como válida la de los espesadores comerciales correspondientes al área dimensionada; en caso contrario se podía recurrir a la simplificación de Roberts (202).

### 3.2.3. Lixiviación.

Es la operación clave en todo proceso hidrometalúrgico. Tal como se prevé, para el problema en estudio, se realizaría con mineral molido y reactores agitados. Las magnitudes a determinar en su estudio son :

- el consumo de reactivos
- la solubilización del uranio e impurezas
- la pérdida de peso durante el ataque, y
- las magnitudes físicas de la pulpa (pH y potencial redox)

Todo ello frente a un conjunto de tratamientos que consideraran distintos factores a diferentes niveles, que interesa mantener lo más constantes posibles, para cada ensayo. La técnica experimental, según se detalla luego, consistía en agitar el mineral con los reactivos y después de separar los sólidos y los líquidos, analizar ambos. Normalmente para cada combinación de tratamiento se utilizaba un ensayo, efectuado en orden aleatorio. La extrapolabilidad a escala mayor se haría sobre una base de tiempo de retención, distribuido en varios tanques que evitarían el cortocircuitado y manteniendo las restantes condiciones óptimas. En lo que sigue se describe el equipo y el método operatorio.

a) Equipo. Los ensayos se hicieron en un tren de agitación (figura 8) que permitía realizar simultáneamente seis ensayos. Como reactores se utilizaron vasos de vidrio de 400 cc provistos de cortacorriente de acero inoxidable. Los vasos se tapaban con vidrios de reloj perforados, esto reducía las pérdidas por evaporación, en el trabajo a alta temperatura. Para compensar las posibles pérdidas y mantener la pulpa en condiciones constantes de dilución y nivel de reactivos se reponía el líquido periódicamente; la reposición del agua se hacía por pesada y comparación con el peso bruto original del vaso y pulpa. El espaciado de la reposiciones se hacía de forma que en cada una la cantidad de agua a agregar fuese inferior al 2 % de la masa de líquido de partida.

El trabajo a diferentes temperaturas se lograba mediante unos bloques



termostáticos de aluminio aislados del exterior con una capa de amianto. Los bloques tenían unas oquedades en las que se introducían los reactores, el hueco entre bloque y vaso se rellenaba con agua y por último se hacía un cierre casi estanco de este hueco con un anillo de goma. Unas perforaciones verticales permitía introducir en el bloque termómetros para el control de temperatura. Cada bloque se calentaba por seis resistencias eléctricas de 200 W/U, conectadas a la red a través de un autotransformador. Regulando la tensión de salida se conseguía mantener la temperatura del ensayo dentro de un intervalo de  $\pm 1^{\circ}\text{C}$ . Cada bloque de aluminio podía contener tres vasos de forma que se podían estudiar simultáneamente dos temperaturas distintas.

Un motor eléctrico de 0,25 CV accionaba los agitadores mediante una transmisión con poleas. Cada agitador disponía de un juego de tres, de forma que se podían tener salidas con 300, 400 y 500 rpm. El vástago del agitador se realizaba por un eje hueco y se aprisionaba en sus extremos. La posición de la turbina en el reactor era normalmente de 10 mm por encima del fondo. También existía la posibilidad de colocar una segunda turbina para ataques con cantidades mayores de mineral. Habitualmente se trabajó con 200 g de mineral y 200 cc de líquido, es decir, con una relación de líquido a sólido igual a la unidad.

b) Operación. Los reactivos utilizados se agregaban al comienzo del ensayo. El ácido sulfúrico se adicionaba como una solución en el líquido de lixiviación y a una concentración tal que correspondía a la dosis ensayada en cada caso. Como se usaba una relación de líquido a sólido igual a uno, esa concentración expresada en g/l, tenía el mismo valor numérico que la dosis de reactivo en kg/t de mineral, que es la forma más corriente de expresar esa variable.

Introducidos los sólidos, la solución lixivante a la temperatura de ensayo, y cualquier otro reactivo en estudio, se colocaba el vidrio de reloj y el agitador. Este momento se consideraba como el comienzo del ataque. A los 15 min se sacaba el vaso y sin limpiar el agitador se pesaba en bruto para saber el peso de referencia en el ajuste del agua evaporada. El mineral se mantenía en agitación durante el tiempo correspondiente al ensayo. En el caso de ensayos a temperatura elevada se completaba periódicamente el líquido de ataque con agua.

Transcurrido el tiempo de ataque se media el pH y el potencial redox de la pulpa. Luego se procedía a la separación del líquido y el sólido para determinar la solubilización obtenida en el ensayo. La separación se realizaba por tres lavados y filtraciones sucesivas con repulpado intermedio de cada torta con 400 cc de agua acidulada a pH 2, el ácido de acidulación era sulfúrico, cuando no se controlaban sulfatos, y clorhídrico cuando se determinaban estos. Después del tercer repulpado se lavaba la torta sobre el filtro con 200 cc de agua a pH 2. Los filtrados se juntaban todos y se aforaban a 2000 cc y una vez homogeneizados se analizaban. Para acelerar la filtración en los tres casos indicados se agregaba en cada repulpado una pequeña cantidad de floculante.

Las tortas de filtración resultantes quedaban con una humedad aproximada del 20 %, y la eficacia alcanzada en el lavado era superior al 99,9 %. Para alimentaciones con leyes del orden del 1 0/00, como eran las empleadas en este estudio, el uranio disuelto que acompañaba a los sólidos en la última torta era bastante inferior a 1 g  $U_3O_8$ /t. La eficacia del lavado así realizado era suficiente y el error introducido por el uranio solubilizado existente con los sólidos era despreciable frente a las demás fuentes que contribuyen a la varianza del error experimental.

La torta de la última filtración se secaba a 110 °C, hasta peso constante. Luego se determinaba el peso exacto de la misma con el fin de calcular la pérdida de peso habida durante el ataque. Los sólidos secos se desmenuzaban y se molían a menos de 200- $\mu$  en un molino vibratorio de anillos. De la muestra molida se tomaban, por muestreo con divisores Jones, dos fracciones de 10-15 g, que se destinaban a la determinación de la ley de uranio en las mismas; el resto se guardaba como reserva. Los análisis de uranio no se hacían hasta disponer de todas las muestras implicadas en un planteo. Entonces el conjunto de muestras con sus replicados se disponían al azar con el fin de distribuir aleatoriamente los errores analíticos en todo el planteo. En el análisis de los líquidos se procedía de forma semejante.

Una vez que se disponía de los resultados analíticos se hallaban las medias correspondientes a cada ensayo y se recalculaban las leyes de la alimentación a partir de la ley de residuos y su peso, y de la concentración en líquidos y volumen de aforo. Con estas leyes recalculadas se determinaba la gran media, correspondiente a la serie, y su desviación. Con esta gran media

y con la pérdida de uranio en los residuos se calculaba la recuperación :

$$R = \left[ 1 - \frac{\text{Residuo} \times \text{ley}}{\text{Aliment. Cal.}} \right] \times 100$$

Los líquidos únicamente se consideraban a fines de cierre de balance, cálculo de la ley indicada antes, e información sobre el control de impurezas.

### 3.2.4. Cambio de ión.

Este método de recuperación estaba fijado por el diagrama de la fábrica, que también condicionaba muchas de las magnitudes de trabajo (resina, tiempo de retención en carga y elución, así con el sistema de aluyente, nitratos, establecidos a raíz de las investigaciones de B. López Pérez (203). En la experimentación actual únicamente se trató de ver la respuesta de los nuevos líquidos problema al sistema ya establecido. Las magnitudes o aspectos considerados fueron :

- la capacidad de carga de la resina,
- la recuperación de uranio, y
- la distribución y características del eluido

frente a niveles diferentes en la acidez y concentración en la alimentación y a la acidez del agente aluyente. La técnica experimental siguió el sistema de tres columnas en serie para carga y una cuarta para elución semejante al de la planta (113) y que se discute luego.

a) Equipo. La instalación, fig. 9 , consistía en columnas de vidrio de 500 mm de altura y 12 mm de diámetro, conteniendo cada una 100 cc de resina húmeda soportada sobre un lecho de grava. La columna de cabeza se alimentaba con una bomba volumétrica de jeringa y el nivel de líquido en la misma se regulaba por un sifon que alimentaba la columna siguiente, y esta hacia lo propio a la tercera. Debido a la salida libre de los tubos, se podían tomar muestras sin perturbar el proceso.

La columna de elución se alimentaba también con una bomba volumétrica. La salida del eluido se hacía libremente por el fondo y a través de una válvula de aguja que se regulaba para tener una capa de aluyente de un centímetro de espesor sobre la resina. La salida por el fondo en lugar de utilizar un sifon ascendente permitía una elución más compacta.

Los resultados obtenidos con columnas de 12 mm son extrapolables (204) al diseño y operación de instalaciones comerciales. El control analítico se

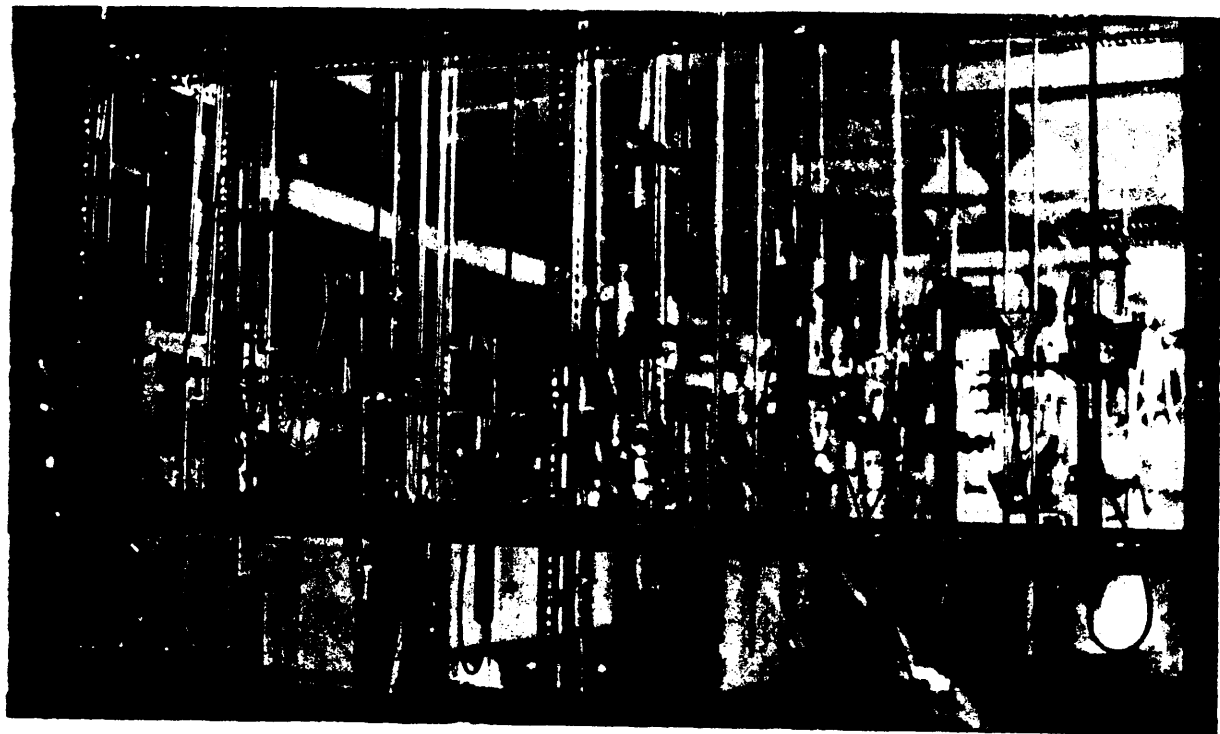


Fig. 9. Ensayos de cambio de ión.



Fig. 10. Ensayos de flotación.

realizó colorimétricamente pero a fines de operación se siguió un control radiométrico por conteo mediante un contador de centelleo (JEN DC-2) y una escala de 100 (JEN E-6) conectada.

b) Productos. La resina utilizada era comercial, Zerolitt FF de la Permutit Ltd. de Inglaterra. Procedía del mismo lote utilizado en la instalación industrial y estaba ya en forma sulfato. Su humedad era del 43 % y su densidad aparente 0,7 kg/l de resina húmeda. El análisis de tamizado sobre resina escurrida y aireada dió la distribución (%) de rechazos acumulados siguiente :

20-m (0,2); 28-m (6,0); 35-m (55,0); 48-m (99,0)

Su capacidad de cambio determinada por el método de Kurin y Fisher (205), era de 10 meq/ml de lecho ó 2,97 meq/g de resina seca en total y distribuida entre grupos débiles, 27 %, y grupos fuertes, 73 %. La porosidad de la resina era del 40 %.

El aluyente se preparó a partir de nitrato sódico comercial (nitrato de Chile) y ácido nítrico químicamente puro. Para ajuste de pH se utilizó lechada de cal preparada a partir de hidróxido cálcico.

c) Operación. La solución fértil procedente de ataque se ajustó al valor de pH en ensayo mediante la adición de lechada de cal, al 10 %, mientras se agitaba a la temperatura ambiente. Alcanzado el valor deseado de pH la suspensión se dejaba sedimentar durante 2 h. El líquido claro se sifonaba y el sedimento se filtraba, juntando el filtrado a los líquidos claros.

El líquido con el pH ajustado, y clarificado se alimentaba a la primera columna de las tres existentes en carga. El flujo era el correspondiente a 3 min de contacto por columna es decir, 13 cc/min :

$$q = \frac{V \cdot k_s}{t_c} = \frac{100 \times 0,4}{3} \simeq 13 \text{ cc/min}$$

El efluente de la primera columna se alimentaba a la segunda y el de esta a la tercera. El efluente de la primera columna salía inicialmente agotado, luego aumentaba su concentración a un valor apreciable (punto de ruptura), que iba elevándose hasta alcanzar el nivel de concentración en la alimentación. En este momento la columna de cabeza estaba saturada, la segunda había rebasado su punto de ruptura, pero la tercera todavía daba efluentes

aceptables. Entonces se interrumpía el paso de la solución fértil y se desplazaba con agua, un volumen de lecho, el líquido existente en la columna. Después se retiraba la columna cargada y se introducía como columna de cola a la que existía disponible después de la elución en una operación anterior. La carga se continuaba con el nuevo sistema. Los primeros efluentes se controlaban para determinar la pérdida de uranio residual (royal barren) hasta que caía a valores normales.

La columna retirada se sometía a un lavado ascendente fluidificando el lecho para eliminar las lamas retenidas en él. La columna se drenaba hasta aproximadamente 2 cm por encima de la resina, y se introducía el eluyente a un flujo tal que correspondía a un tiempo de contacto de 15 min. Los efluentes se recogían como muestras de un volumen (50 cc) equivalente a medio volumen de lecho con el fin de poder determinar el uranio y establecer el esquema adecuado de fraccionamiento del eluido en : cabezas, cola y corazón. El volumen total de eluyente, con el fin de agotar a fondo la resina, era de 8 volúmenes de lecho. Por último se pasaban dos volúmenes de lecho de agua ácida (pH 1,8) con el fin de desplazar todo el eluyente. En esta investigación no se practicó el reciclado de eluyente de la operación anterior, tal como es normal en el uso industrial.

### 3.2.5. Cementación.

La recuperación del cobre de los líquidos de lixiviación se puede realizar por cementación con chatarra de hierro, o por extracción con disolventes. Este método se ha desarrollado en los últimos años y si la concentración de los líquidos fértiles es suficientemente alta y existen reservas para amortizar la instalación, es el proceso más elegante. No obstante, si no se dan estos casos se puede recurrir a la clásica cementación con chatarra, que es de realización sencilla aunque no dé un producto acabado. En nuestro caso se prefirió este último camino, por ello se realizó algún trabajo experimental tendente a :

- determinar la velocidad de cementación o el tiempo de retención
- evaluar el consumo de hierro
- ver la influencia de la composición de los líquidos y en especial fosfatos y acidez.
- obtener información sobre la calidad del producto resultante
- lograr información sobre la influencia de la calidad de la chatarra

Las pruebas se realizaron discontinuamente y también en funcionamiento continuo.

a) Equipo. Las necesidades eran relativamente sencillas. Un vaso o recipiente de 10 l provisto de agitador y capaz de contener el líquido a cementar y el hierro de cementación. Una serie de cuatro columnas de 70 mm de diámetro por 300 mm de altura provistas de fondo cónico con salida, así como otra salida a una altura de aproximadamente 270 mm, con lo que el volumen retenido era de aproximadamente un litro por columna. Las columnas se disponían en cascada. Para alimentación se tenía una bomba volumétrica capaz de alimentar cuatro litros hora. Otro equipo corriente de laboratorio, vasos, probetas, medidor de pH, etc., completaban la dotación para los ensajos.

b) Operación. En los ensayos discontinuos se colgaba la chatarra de hierro de los bordes del vaso procurando hubiese exceso de la misma. Luego se agregaban 8 l del líquido a cementar y se sometían a agitación empezando a contar el tiempo. A los cinco minutos se empezaba a tomar muestra, las tomas se sucedían hasta al final del ensayo. Las muestras se analiza**ba**n para hierro, cobre y pH y sus valores se llevaban frente al tiempo de toma de la muestra.

Para los ensayos continuos se llenaban las columnas con chatarra de botes y agua a pH igual al de la solución fértil. Luego se empezaba a pasar líquido a una velocidad establecida y que solía ser la variable del ensayo. Antes de tomar muestra se dejaba pasar un mínimo de cuatro renovaciones del volumen del sistema. A la salida se analizaban los líquidos como antes. Al final del ensayo se recogía la cáscara de cobre, se lavaba y analizaba.

### 3.2.6. Flotación.

Esta operación se aplicó tanto al mineral original como a los residuos de lixiviación. En la flotación del primero se hizo un estudio mayor del extenso campo de variables que son de consideración en las pruebas de flotación. Esto llevó a concretar más específicamente el problema, llegando a un esquema casi normalizado, que se aplicó sistemáticamente en el estudio de la flotación del cobre de los residuos en sus diferentes variantes. Como es sabido la flotación es una operación sobre la que influyen muchas variables (206) :

- caracter mineralógico de la alimentación
- distribución granulométrica de los minerales en la alimentación
- métodos y tiempos de molienda
- historia del mineral y envejecimiento

- calidad del agua a emplear, y cantidad y naturaleza de las sales solubles liberadas durante la molienda.
- dilución de la pulpa, presencia de lamas y floculación
- cantidad y naturaleza de cada reactivo
- orden de adición y tiempo de acondicionamiento
- tipo de máquina de flotación
- tiempo e intensidad de la agitación
- calidad y tamaño de las burbujas de la espuma, así como la altura de ésta.
- temperatura
- cambios de pH durante la flotación
- tiempos óptimos de flotación de cada producto
- dependencia entre minerales y reactivos durante la flotación diferencial.
- relación entre la granulometría y la recuperación, así como el grado óptimo de la molienda.

por ello al limitar su número, en un estudio real, hay que cuidar de que las magnitudes no consideradas se mantengan constantes.

En la investigación actual se trató de establecer un circuito y unas condiciones óptimas dentro de circuito, tamaño de la molienda, características de la pulpa, estado del medio, reactivos necesarios, tiempo de retención, etc. para :

- lograr una separación del uranio y el cobre lo más neta posible y con buenas recuperaciones.
- en el defecto de lograr la separación indicada obtener la máxima recuperación del cobre de residuos hidrometalúrgicos en forma de un producto de ley elevada.

en lo que sigue se describe el equipo empleado, los reactivos usados y la marcha operatoria.

a) Equipo. Estaba formado por un molino de barras, descrito antes, y una celda de flotación Denver Sub-A de laboratorio (fig. 10). Esta celda tenía un recipiente de 2,5 l que permitía la flotación de unos 500 g de mineral como una pulpa de dilución media ( $\sim 20\%$ ). El recipiente era de vidrio permitiendo la observación del estado de agitación (turbulencia, segregación, etc.), así como el nivel de la pulpa durante el ensayo. Un orificio existente en el fondo permitía el vaciado de los estériles.

La turbina era de diseño semejante a la de las máquinas industriales. Sobre la turbina estaba el estator con sus deflectores. El estator era cerrado de forma que el aire solo podía entrar en la celda por una válvula, provista de una oliveta para su conexión a un rotámetro de aire. El agita-



El motor estaba accionado por un motor de 0,5 CV a través de un sistema de poleas de garganta variable y correas trapezoidales. Un tacómetro sobre el eje del agitador permitía la regulación de la velocidad de giro.

La espuma se retiraba manualmente mediante una paleta de plástico y bandejas de hierro esmaltado. La mineralización de las partes menos accesibles (estator) se ayudaba con agua proyectada desde un frasco lavador. Anexo a la celda se montó un dispositivo, compuesto de un tubo graduado con salida por el fondo y válvula de vidrio, que servía de recipiente para el agua y espumante de reposición del líquido que salía con la espuma.

Las medidas de pH se realizaban en la misma calda con un medidor de pH Beckman H-2, provisto de electrodo de vidrio. Otros elementos, probetas, pipetas, buretas, vasos, etc., eran material corriente de laboratorio. La dosificación del espumante se hacía por gotas que se agregaban con una jeringuilla y una aguja hipodérmica, las gotas se tararon para cada reactivo y a las temperaturas normales del laboratorio.

b) Reactivos y productos. En esta operación se emplearon bastantes productos que se pueden clasificar como :

- modificadores del medio (cal, dispersante, sulfurantes y cianurantes o depresores).
- colectores del tipo xantato (etilxantato, amilxantato, etc.).
- colectores aniónicos varios (ácido oleico, aerofloat).
- espumantes (aceite de pino, A-77).

en lo que sigue se indica su naturaleza, calidad, misión, ventajas y forma de empleo.

Cal - Era hidróxido cálcico clasificado con aire, de grano fino 100 % - 200  $\mu$ , con un 98 % de  $\text{Ca(OH)}_2$ . Se empleaba como lechada de cal al 10 %. La dosificación se hacía en forma sólida y antes de agregarla se dispersaba en agua.

Pirofosfato sódico -  $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$ . Era de calidad analítica (Merck) y se utilizó como dispersante de las arcillas. Se empleó en forma de solución en agua al 5 %.

Metas - Era una calidad comercial del metasilicato sódico pentahidratado. Tenía aproximadamente el 57,5 % de  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$ . Se empleó como solución

al 10 % para dispersar las lamas arcillosas.

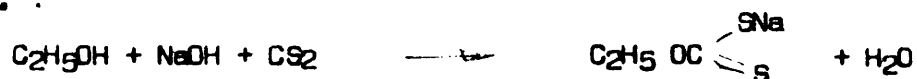
Cola - Se empleó como depresor de los minerales de la ganga y de ure nio en la separación de los minerales de cobre. Se utilizó gelatina para aná lisis Merck que se disolvió en agua a una concentración de 5 g/l. Las solu- ciones se preparaban cada día.

Almidón - Se utilizó con la misma intención que la cola, se usó en la forma soluble. A partir de almidón para análisis Merck se preparó una papi- lla con agua fría a la que se agregó sosa caústica (una parte por cada cuatro de almidón) y se diluyó luego para tener una solución de 50 g/l a la que se habian agregado 2 ml de formaldehído, para evitar la descomposición.

Cianuro sódico - Se utilizó con el fin de suprimir la flotación de la pirita en el refino de concentrados y obtener productos de leyes altas. El producto empleado era de calidad técnica (96-98 % NaCN) fabricado por la Impe- rial Chemical Industries Ltd. Se usó en forma de solución de 100 g/l que se dosificaba con pipeta.

Sulfuro sódico - Se empleó en un intento de sulfurar las superficies de los minerales oxidados de cobre. El producto era de calidad alta, 99 % ( $\text{Na}_2\text{S} \cdot 9 \text{H}_2\text{O}$ ) se empleaba como disolución al 10 %, preparada cada día.

Xantatos - Los xantatos son sales del ácido xántico y se obtienen por reacción de un alcohol alifático con sulfuro de carbono en presencia de un ál cali, p.ej. :



son compuestos algo inestables que se pueden oxidar con el aire a dixantogena- tos. Los productos utilizados era de calidad técnica, suministrados por la General Química, Dow Chemical Comp. y American Cyanamid Co. Antes de su em- pleo en el laboratorio se purificaron disolviéndolos en el alcohol correspon- diente, recrystalizando y lavando con eter. Se emplearon en forma de solu- ción al 5 %, estas soluciones se preparaban cada día, pues cuando envejecían tomaban aspecto lechoso.

Los xantatos son colectores específicos de los sulfuros. Dado que el poder colector y selectividad aumenta con la longitud de la cadena, se utili- zaron varios tipos :

- etilxantato sódico ( $C_2H_5OCS_2Na$ ), EXNa,
- butilxantato sódico ( $C_4H_9OCS_2Na$ ), BXNa, y
- amilxantato potásico ( $C_5H_{11}OCS_2K$ ), AXK

En ocasiones se usó una mezcla de dos de los colectores anteriores.

Aerofloat 25 - Era un producto negrozco suministrado por la American Cyanamid Co. Su calidad era técnica y se obtiene como resultado de la reacción de  $P_2S_5$  con cresol. La riqueza equivalente de este producto era del 25 % en  $P_2S_5$  siendo el resto cresol. El producto de reacción pertenece a la familia de los ditiofosfatos,



Son colectores más débiles que los xantatos. Se dosificó sin diluir.

Acido oleico - ( $CH_3(CH_2)_7CH=CH(CH_2)_7COOH$ ). Es el colector más utilizado para la flotación de los minerales oxidados. El producto empleado era de gran pureza, y se usó directamente diluido en tres partes de etanol para facilitar su dosificación. Para distribuirlo se emulsionó esta mezcla en 10 partes de agua, agregándolo luego a la celda de flotación. Se usó en las operaciones de agotamiento después de flotar los sulfuros con xantatos.

R.708 - Es un reactivo de la American Cyanamid Co. obtenido por destilación del aceite de ricino, consta fundamentalmente de ácido linoleico, ácido oleico impuro, ácidos ricínicos y de algunos ácidos grasos saturados (palmítico y estearico). Es un líquido pardo oscuro, se usó de la misma manera que para el ácido oleico.

Espumantes - En la mayoría de la investigación se utilizó el aceite de pino, que es un producto alcoholico aromático obtenido de la destilación de la madera y redestilado luego entre 150 y 200 °C. Sus principios activos fundamentales son el terpineol  $\alpha$ ,  $\beta$  y  $\gamma$ . Son agentes tensoactivos fuertes que producen una gran disminución de la tensión superficial del agua. Sus propiedades colectoras son pequeñas por lo que es un buen espumante que permite el estudio independientemente de la colección y espumación. Da una burbuja de tamaño y estabilidad media. Se utilizó directamente sin diluir, la adición se hizo por control de gotas y tarado de estas a diferentes temperaturas.

En algunos casos en que se quiso tener espumas muy poco estables, se utilizó el Reactivo 77 de la American Cyanamid Co., que es alcohol hexílico técnico. Daba espuma de tamaño pequeño y como se ha dicho poco estable con los que se podía controlar la velocidad de flotación y la selectividad.

c) Operación. El mineral triturado a 10-m y almacenado en bolsas estancas de polietileno, se molía en un molino de barras, según la técnica indicada antes. Normalmente se molía cada vez el mineral necesario para un ensayo, es decir 500 g, u otras cantidades según se ensayaran en flotación diferentes concentraciones de sólidos en la pulpa. La molienda se hacía en húmedo con el 70 % en sólidos. Al final del tiempo de molienda se abría el molino drenando la mayoría de la pulpa. Luego se sacaban las barras que se limpiaban una a una juntando el producto con la parte principal de la pulpa. Por último se lavaba el interior del molino. Hay que señalar que antes de realizar la primera operación de cada día se limpiaba el molino realizando una molienda de arena de cuarzo. La pulpa se dejaba decantar con el fin de tener un sedimento de volumen inferior al de la pulpa de ensayo. Luego se pesaba la pulpa y se transfería a la celda de flotación. En la molienda se agregaba la cal necesaria para tener un pH neutro a menos que el ensayo se fuese a hacer a pH inferior a 7. No se practicó normalmente el deslamado.

En la celda de flotación se agregaba agua hasta completar la dilución de la pulpa en ensayo. Se medía su pH y se ajustaba, con lechada de cal, al valor deseado. Se dejaba agitar, con el aire cerrado, un tiempo suficiente para que la pulpa tuviese pH constante, generalmente 10 min, y se agregaba el depresor, dispersante o agente modificador dejando actuar 5 min. Luego se añadía el colector manteniendo un tiempo de contacto prefijado de acuerdo con el ensayo. Por último se agregaba el espumante y después de un minuto de mezcla se abría el aire y se formaba la espuma.

La recogida de espuma se hacía manteniendo una capa de la misma de más de 20 mm y procurando que fluyese libremente desde la celda. Para facilitar la evacuación de las zonas alejadas del rebosadero se utilizaba una paleta desplazando la espuma de ellas hacia el rebosadero. Igualmente se facilitaba la evacuación de las partículas mineralizadas que se pegaban al estator o a las paredes lavándolas hacia el seno de la pulpa con un frasco lavador de chorro fino y que tenía agua al mismo pH y nivel de espumante que el líquido de la pulpa. Al principio del ensayo se controlaba el flujo de aire para evi

tar una salida brusca de la espuma cargada de ganga y líquido. El nivel de líquido en la pulpa se mantenía constante en la calda por adición de agua de las mismas características que la composición residual del líquido de la pulpa en ensayo.

Los productos de flotación se recogían unas veces por separado empleando un ensayo para cada tiempo en estudio. Otras se recogían fraccionadamente con el fin de ver la cinética de la flotación y trazar las líneas de selectividad (207). El espaciado de los tiempos se solía hacer siguiendo una progresión geométrica de razón dos. La operación se prolongaba hasta el tiempo de ensayo deducido de ensayos previos o hasta el tiempo doble más próximo de la última fracción recogida antes de que la espuma apareciese sin mineralizar. Las fracciones recogidas se filtraban directamente o después de flocular con separán. La torta se filtraba y se secaba, hasta peso constante, poniendo una temperatura baja para evitar la oxidación. Los sólidos secos se pesaban, se molían, se fraccionaban por muestreo y sobre dos muestras independientes, distribuidas al azar, se realizaban las determinaciones analíticas.

En ocasiones se hizo la adición fraccionada del colector y después de cada adición intermedia se dejó agitar un minuto. Cuando se ensayaba el agotamiento por sulfuración o por flotación con ácidos grasos el acondicionamiento se hacía después del desbaste siguiendo una técnica para él y para la flotación semejante a la indicada para la flotación de sulfuros.

### 3.3. Planta Piloto.

En este apartado se tratará de resumir panorámicamente las técnicas experimentales empleadas en la planta piloto. Inicialmente se presentará el diagrama de flujo general. Luego se pasará a discutir las diferentes operaciones unitarias implicadas en el proceso, equipo empleado, forma de operar, controles y presentación de datos. El orden seguido es paralelo al utilizado antes para las técnicas de laboratorio.

#### 3.3.1. Diagrama general.

En el capítulo 4 se indican los diferentes procesos que se consideran para el beneficio de este mineral. Para el estudio experimental se retuvieron dos, uno con flotación del mineral según llega y cuya experimentación a escala de laboratorio y piloto se recoge en el capítulo 5, y otro en que el

mineral se lixiviaba para disolver el uranio y luego el cobre se recuperaba de los productos resultantes. Este diagrama parecía el más interesante y es al que se dedicó más experimentación, pudiéndose decir que se estudió en todas sus etapas, tanto en escala de laboratorio (capítulo 6), como piloto (capítulo 7).

El diagrama correspondiente a la variante de flotación directa, fué muy limitado en lo que respecta a la investigación en escala de planta piloto, que comprendió solo,

- molienda húmeda del mineral, y
- flotación continua de la pulpa

El ensayo de la lixiviación de los productos de flotación se hizo a escala de laboratorio, y como se ha indicado no se continuó la investigación por considerar esta línea de menor interés que la del diagrama en competencia.

El diagrama de lixiviación directa se recoge en la figura 11 y en términos generales su desarrollo fué :

El mineral procedente de desmuestre sufría una etapa de preparación previa para la molienda según el esquema presentado anteriormente 3.1.4., y mediante el cual se reducía todo el mineral a 10-15 mm de tamaño máximo. Este material se alimentaba a velocidad controlada, a un circuito de molienda húmeda cerrada, cuyo producto pasaba a una fase de espesamiento por decantación. El producto espesado (~50 % en sólidos) se almacenaba en unos tanques intermedios de regulación de la concentración en sólidos. Desde estos se alimentaba, por cargas, a unos reactores de lixiviación, desde donde una vez atacado el mineral pasaba a la separación sólido-líquido en un sistema, con cuatro etapas, de decantación en contracorriente al que se agregaba agua de lavado en el piso final.

Los líquidos, resultantes del espesador de cabeza, se almacenaban en tanques a fin de ajustar su acidez a valores adecuados para cambio de ión. El ajuste se hacía por lechada de cal. Luego se dejaban decantar los sólidos producidos y los líquidos se clarificaban por filtración. Los sólidos decantados, así como los retenidos en el filtro, se recirculaban a la primera etapa del circuito de lavado. La solución clarificada se almacenaba y luego se trataba por resinas de cambio de ión para fijar el uranio. El cobre, que quedaba en los efluentes agotados en uranio, se recuperaba por cementación y

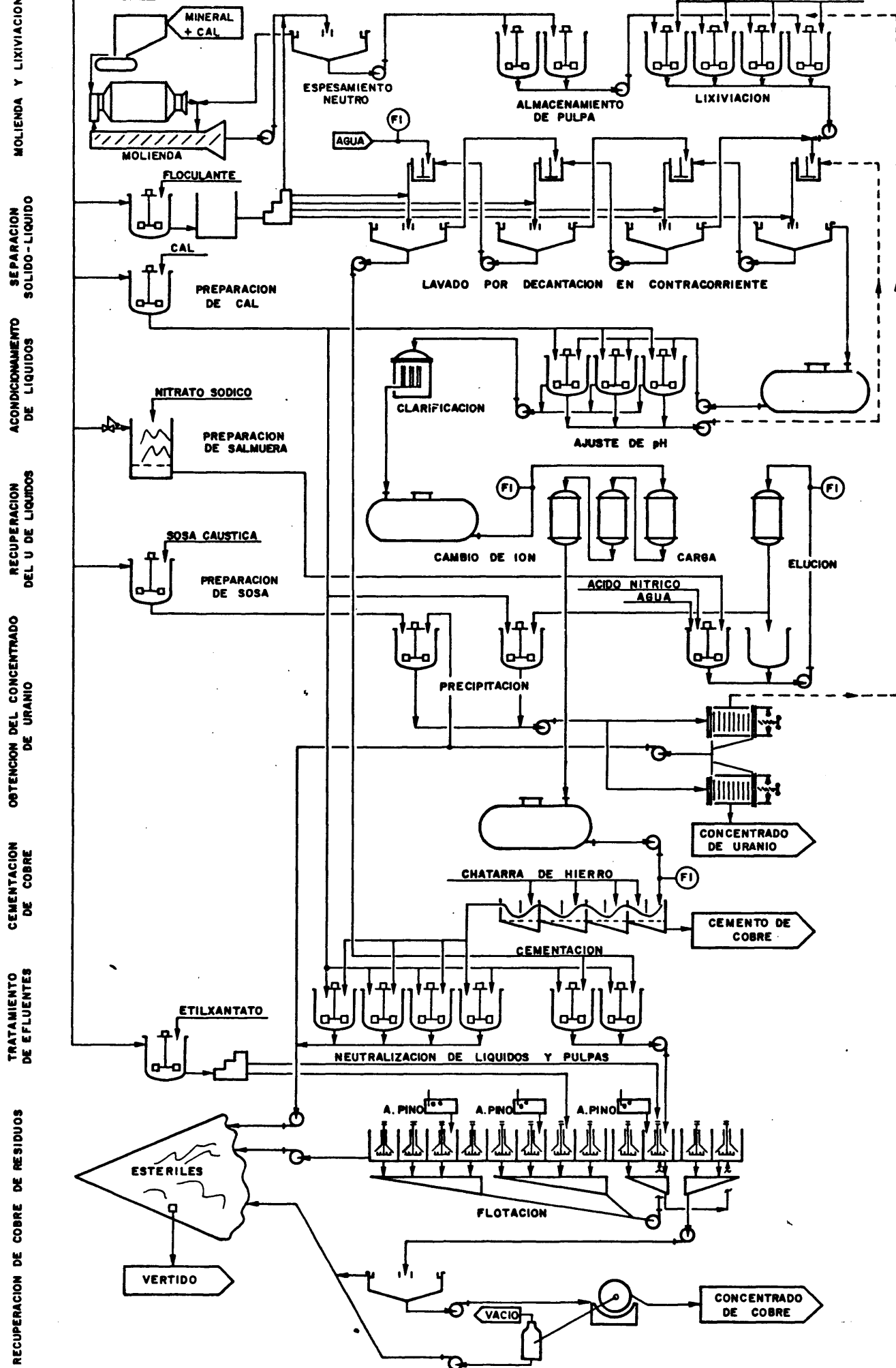


FIG.11 - DIAGRAMA DE FLUJO DE LOS ESTUDIOS EN PLANTA PILOTO.

los estériles finales se trataban por cal para neutralizarlos, antes de verterlos a la red de drenaje; los sólidos se retenían en un dique de residuos junto a los estériles de flotación.

El uranio retenido en las resinas se eluía de las mismas. Sobre el eluido se practicaba una doble precipitación. En primer lugar se ajustaba el pH hasta 3, con cal y sosa. Se dejaba decantar se separaba el líquido claro y se filtraba la torta de yeso. En la mezcla de líquido decantado y filtrado se continuaba la neutralización hasta pH 7,0 con lo que la precipitación del uranio era completa. Luego se agregaba floculante y después de decantar las aguas madres, se repulpaba el concentrado, se repetía la decantación y por último se filtraba el sedimento.

Los sólidos, estériles de la decantación en contracorriente, tenían aproximadamente la mitad del cobre existente en la alimentación original y por ello pasaban a una etapa de recuperación de cobre. Esta constaba de una neutralización con cal hasta pH 8 ó 11 según las exigencias experimentales y luego se alimentaban a flotación. Dado que la capacidad del circuito de uranio era superior a la del cobre, parte de los residuos se filtraban y luego se volvían al circuito repulpando la cantidad necesaria. La flotación se hacía en un conjunto de celdas con agitación mecánica y con circuitos dispuestos en función de la experimentación. El estéril resultante se dejaba decantar y como pulpa espesa se almacenaba en un pequeño dique de estériles. Los concentrados se espesaban, filtraban y secaban antes de su almacenamiento. Una serie de bombas y depósitos de nivel constante permitía obtener flujos controlados tanto de pulpas como de líquidos o reactivos.

### 3.3.2. Molienda y espesamiento neutro.

En la molienda se trataba de alcanzar una granulometría adecuada para las operaciones siguientes, es decir, que permitiesen el acceso de las soluciones lixiviantes a los minerales de uranio, así como una liberación suficiente para tener una buena recuperación del cobre sulfuro del mineral en forma de un concentrado de ley alta. La operación se realizó en un conjunto de molienda húmeda en circuito cerrado por clasificador, como complemento de este grupo se introdujo una unidad de espesamiento que eliminase el exceso de agua introducida en el clasificador y lograrse pulpas más adecuadas para las operaciones siguientes.



Las metas experimentales para estas secciones se podrían establecer en :

- lograr granulometría adecuada, tamaño máximo y distribución cerrada.
- establecer el consumo de potencia necesario o bien la capacidad volumétrica de molienda.
- determinar las características de las pulpas de clarificación adecuadas para la granulometría apetecida, así como tamoién determinar la capacidad de clasificación.
- estimar las necesidades de floculante y área unitaria de sedimentación, así como las posibilidades de espesamiento de las pulpas.

a) Equipo. El equipo de molienda estaba formado (fig. 12) por una tolva de almacenamiento de  $3,5 \text{ m}^3$  con sección cuadrada de  $1,5 \times 1,5 \text{ m}$  y acaba en un tronco de pirámide. Un alimentador de cinta de  $2000 \times 400 \text{ mm}$  accionado por un motor de 2 CV y a través de un variador de velocidad con salida entre 0 y 15 rpm. Un molino de bolas cilíndrico de 0,8 m de diámetro por 1 m de longitud equipado con cuchara de carga y descarga de la pulpa a través de una rejilla con rebose a través del eje de giro; estaba accionado por un motor de 15 CV; el molino giraba a 48 rpm, velocidad que era equivalente al 90 % de su velocidad crítica. El clasificador que cerrraba el circuito era de espiral con hélice de 300 mm de diámetro y 150 mm de paso; se alojaba en una cuba de 400 mm de ancha y 2500 mm de larga y giraba a 10 rpm.

La descarga del clasificador caía en una tolva de 50 l tronco piramidal y una bomba de acero de 25 mm en impulsión con motor de 2 CV la enviaba a un espesador. Este era de 2,4 m de diámetro y 1,4 m de altura y estaba provisto de un rastrillo que giraba a 2,5 rpm y motor de 1 CV. Una bomba de membrana ODS de 25 mm en impulsión y provista de temporizador servía para extraer los fangos y enviarlos al depósito regularizador de la concentración en sólidos. Existía un equipo de preparación y dosificación de floculante antes del espesador.

b) Operación. El mineral, rechazos de la torre de desmuestra, se introducía en el circuito de preparación, junto con una cantidad de cal establecida y pasaba a la tolva de almacenamiento triturado a un tamaño de 10-15 mm. Luego se alimentaba al molino a razón de  $400 \pm 50 \text{ kg/h}$ , según ensayo, al mismo tiempo se agregaba agua a la cuna de carga para tener una pulpa de molienda con el 70 % en sólidos. La descarga del molino pasaba por grave

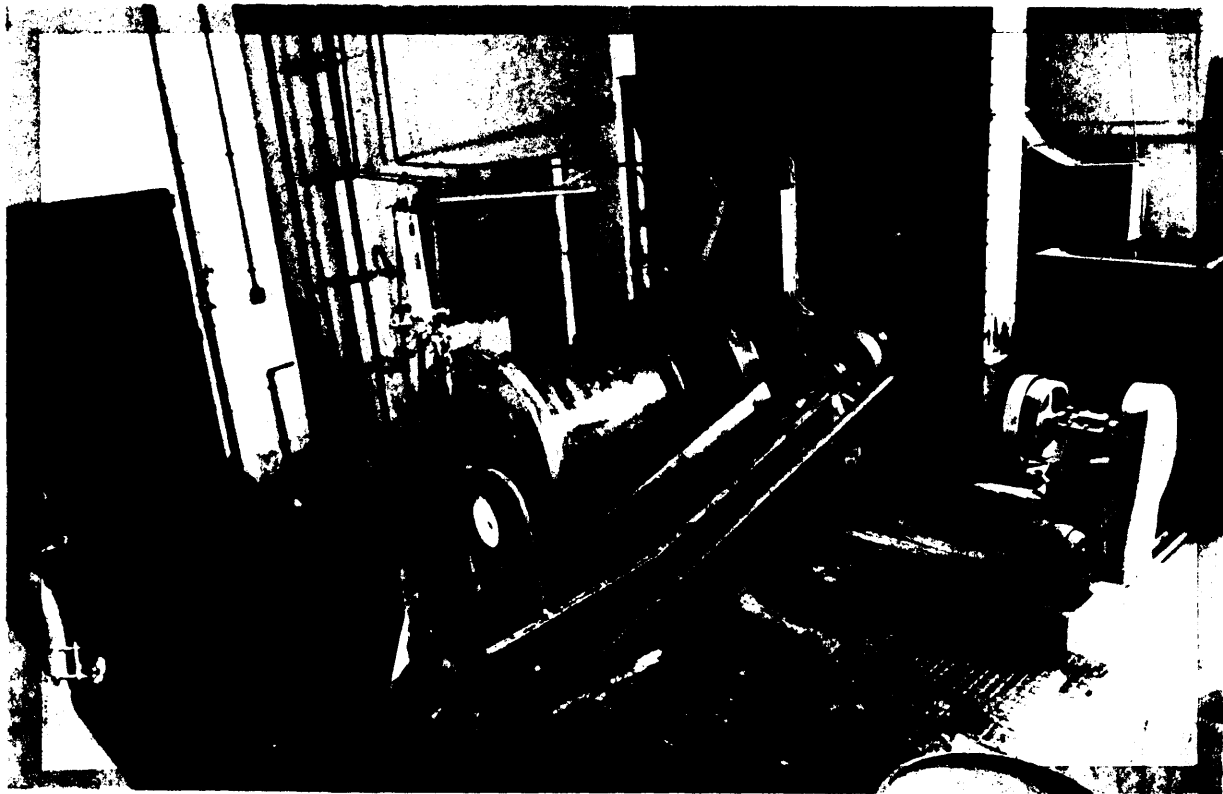


Fig. 12. Molienda en planta piloto.

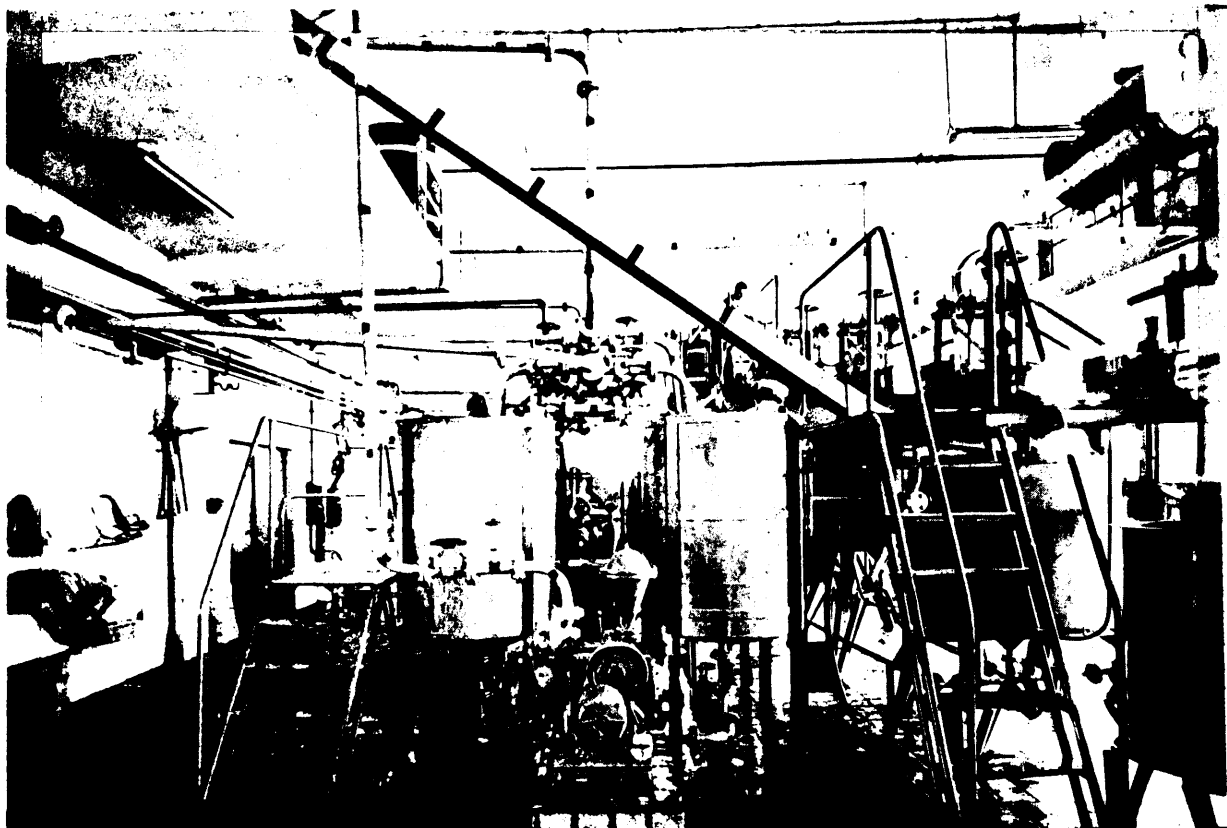


Fig. 13. Reactores de lixiviación pp.

dad al clasificador, para facilitar el paso así como posibilitar la separación granulométrica en el clasificador, se agrega agua en la boca del molino. En el clasificador rebosaban los finos y los gruesos constituían el rechazo, que la hélice del clasificador elevaba para que pudiesen caer por gravedad a la cuna de alimentación del molino.

Los controles establecidos en la molienda eran :

- peso, tamaño y número de bolas que se controlaban al comienzo de una operación y después de haber molido una masa apreciable de mineral.

- cal, que se agregaba al mineral; establecida de acuerdo con los resultados de laboratorio.

- velocidad de alimentación, tomando muestra cada dos horas y pesando la misma para un tiempo dado. Esta muestra se componía para hallar la granulometría sobre fracciones correspondientes a un período más largo, p.ej.: una experiencia.

- concentración en sólidos en la descarga. Después de apartar el agua de dilución, se hacía cada dos horas y se utilizaba una balanza de pulpas. La fracción tomada se guardaba para obtener una muestra compuesta para determinaciones granulométricas. En función de la concentración en sólidos se reajustaba el agua de la alimentación, ayudados por un rotámetro intercambiado en la conducción.

- concentración en sólidos en el rebose del clasificador, cada media hora, para ajustar la concentración en sólidos al valor deseado en la experimentación. El agua se regulaba por un rotámetro. La muestra correspondiente a cada dos horas se componía en una destinada a determinar la granulometría resultante de esa pulpa de rebose.

- rechazo del clasificador, cada dos horas; en él se determinaba la capacidad de rastrillo, humedad, y sobre muestra compuesta granulometría.

- pH en la pulpa rebose del clasificador y según el valor del mismo se corregía la dosis de cal.

El rebose del clasificador, ya se ha indicado que caía a la tolva de la bomba de arenas que lo enviaba al espesador. Esta pulpa iba al canal de alimentación donde se le juntaba la solución de floculante, luego pasaba a la chimenea de alimentación y a la masa del espesador. El líquido claro rebosaba del aparato. Por la base la bomba de fangos extraía pulpa, la regulación de la bomba se hacía procurando que la descarga tuviese una concentración del orden del 50 % en sólidos y un flujo equivalente al de sólidos en la alimentación. La modificación de la posición del rastrillo permitía una flexibilidad adicional, bajándolo cuando la concentración en sólidos disminuía o subiéndolo cuando aumentaba. El floculante se dosificaba a partir de un par de frascos de Mariotte de 25 l/u que estaban llenos de solución de 10 g/l de floculante, esta solución caía en un embudo que recibía agua para diluirlo

a unos 0,5 g/l que era como en realidad actuaba sobre la pulpa. Los controles establecidos sobre el espesamiento eran :

- caudal de alimentación, que junto con el control del rebose del clasificador permitía establecer el flujo masivo de alimentación, se realizaba cada hora.

- control del nivel de líquido claro en el espesador para tener una zona clara de 0,2-0,3 m, se hacia cada hora si el sistema estaba en equilibrio y cada media hora hasta alcanzarlo. En función de la evolución del nivel indicado se regulaba la dosificación de floculante, procediendo por un sistema de horquillado con saltos del 10 al 20 % del valor existente,

- concentración y flujo de sólidos en la descarga, cada media hora, accionando sobre la bomba de lodos en la forma que se ha indicado antes.

### 3.3.3. Lixiviación.

En esta operación se perseguía una doble meta :

- confirmar los resultados de laboratorio.
- obtener información adicional sobre la posible degradación de tamaño durante el ataque.
- conseguir pulpa adecuada para el circuito de lavado

Normalmente se trabajó por cargas discontinuas, aunque también se hicieron unos pocos ensayos continuos.

a) Equipo. Se utilizaron reactores de 1 m<sup>3</sup>, (fig. 13), con dimensiones de 1000 mm de diámetro y 1300 mm de altura de virola. Los recipientes se tenían calibrados en volumen frente a la distancia del borde. Existían dos reactores para el control de la concentración en sólidos a la salida del espesador y cuatro para la lixiviación. Los reactores estaban provistos de agitadores con doble turbina de seis palas rectas y discos de diseño normal, el diámetro total de las turbinas era de 365 mm y giraban a 120 rpm, accionadas por motores de 1 CV. También tenían cuatro cortacorrientes de 0,1 m de ancho que se extendían desde la base de la virola hasta 10 cm del borde. Por último había un tubo para inyección directa de vapor, provisto de purga previa. En las experiencias de funcionamiento continuo se conectaron tres de estos reactores, poniendo una chimenea de salida desde el nivel de pulpa hasta una tubuladura lateral que tenían en la parte inferior de la virola, la descarga del reactor la tomaba un elevador de aire y la pasaba al siguiente reactor a donde entraba a través de un tubo sumergido en la pulpa. Para reducir el volumen, en consonancia con el tiempo de retención y la capacidad

de lavado, los reactores solo se llenaban hasta la mitad.

3.3.3. Operación. Ya se ha indicado algo sobre la marcha continua, pero como hemos dicho se trabajó más con cargas individuales. En ellas se llenaba el reactor hasta aproximadamente  $0,8 \text{ m}^3$  de pulpa de  $\sim 50\%$  en sólidos según una distancia al borde, luego se agregaba gradualmente al ácido correspondiente a la dosis en ensayo. Pasados 5 min se tomaba la temperatura, si era inferior al valor en ensayo, se purgaba la tubería de vapor y se hacía una inyección de vapor directo hasta tener la temperatura nominal de ensayo, estas adiciones se repetían cuando la temperatura bajaba dos grados por debajo del valor nominal. La agitación continuaba hasta alcanzar el tiempo correspondiente a la duración del ensayo. Los controles establecidos en esta operación eran :

- temperatura de la pulpa cada hora
- muestras de pulpa para determinar el valor de pH sobre la misma, sacar líquido sin diluir sobre el que determinar uranio e impurezas, así como residuos para uranio y cobre, o a veces granulometría, así como también concentración en sólidos para los tiempos establecidos en el programa de ensayos.

Al final del ensayo se conectaba al depósito una bomba de arenas de membrana con carrera y velocidad regulable y se alimentaba la pulpa al sistema de lavado. Esta forma de operar tenía el inconveniente de que podía haber un sobreataque del mineral desde que terminaba en ensayo, cuando el depósito estaba todavía lleno, a cuando acaba de pasar la pulpa de cualquier reactor. Para salvar este inconveniente fué por lo que se trató de poner en marcha el sistema continuo, pero su operación fué deficiente pues solo se tenían tres pasos, con mezcla completa en cada uno, y se producía el consiguiente cortocircuito de material.

#### 3.3.4. Lavado por decantación en contracorriente.

En esta operación se trataba de lograr un buen lavado de los sólidos estériles, recuperación elevada, con el menor número de etapas posibles, relación de lavado baja, escaso consumo de floculante y con equipo pequeño. Estos deseos no siempre se pueden realizar y por ello las metas perseguidas en la experimentación fueron :

- determinar la eficacia de lavado para un sistema seleccionado teóricamente.
- determinar las características de sedimentación de las pulpas atacadas frente a la historia de las mismas.

- establecer el consumo mínimo de floculante para un área unitaria razonable.
- medir las características de las descargas, concentración en sólidos.
- determinar las características de la solución fértil y de los reboses tanto por lo que respecta a clarificación, como a la composición en elementos metalúrgicamente interesantes.
- comparar los resultados con los obtenidos en escala de laboratorio.

a) Equipo. El sistema de lavado estaba formado (fig. 4) por cuatro espesadores de 1,2 m de diámetro y 1 m de altura de virola, el fondo era ligeramente cónico con un ángulo de 5° respecto a la horizontal. Estaban provistos de mecanismo de rastrillo con altura regulable manualmente y que giraba a 1 rpm, debido a la acción de un motor de 0,5 CV. Unas bombas de membrana de 19 m en impulsión, con carrera y velocidad regulable permitían extraer las pulpas al flujo deseado y mediante el juego del rastrillo se tendía a regularizar la concentración en sólidos. Los espesadores estaban dispuestos en cascada con flujo de los líquidos de lavado por gravedad y marcha ascendente de las pulpas. Inicialmente la mezcla de los líquidos y pulpas se hacía en la canal entre pasos, pero luego se introdujo un repulpador de 5 l provisto de un agitador con motor de 0,1 CV. Una bomba múltiple Brositte permitía alimentar el floculante a caudal controlado, una parte del líquido se desviaba para diluir el floculante que se unía a los sólidos repulpados con el líquido de lavado en la canal de salida del repulpador. El agua de lavado se alimentaba desde un depósito de nivel constante y a través de un rotámetro. Existía un depósito emplomado de 0,4 m<sup>3</sup> para recibir la solución fértil.

b) Operación. La pulpa atacada se bombeaba aproximadamente al 50 % en sólidos y a razón de 160-240 l/h al espesador más bajo o cabeza del sistema de lavado. Antes de entrar en el espesador se repulpaba con el rebose del segundo espesador y se le agregaba el floculante. la mayoría del 60 al 80 % de la dosis total del sistema. El rebose claro salía al depósito colector y luego pasaba a unos fosos donde había unos depósitos cúbicos de 5 m<sup>3</sup> que servían de almacén antes del ajuste de pH. La descarga del primero se juntaba con el rebose del tercero y entraba en el segundo. Para el tercer espesador se tenia una situación análoga. La descarga del tercer espesador se repulpaba con agua y después de agregarles el floculante se dejaba decantar; el agua se agregaba en función de la relación de lavado que se quería estudiar, hay que señalar sin embargo que debido a los atascos y el agua empleada para limpiar



Fig. 14. Sistema de lavado por decantación en contra corriente.



Fig. 15. Sistema de cambio de ión en planta piloto.

los, se requirió normalmente más solución fértil que la que correspondía a la relación de lavado. El sistema de control para esta operación era :

- flujo de la alimentación de pulpa, con periodicidad horaria
- flujo del agua de lavado, con una frecuencia de dos horas
- control de densidades en las descargas cada hora
- flujo de descargas, cada hora en el cuarto espesador y cada cuatro horas en los intermedios. La muestra del cuarto espesador se lavaba y neutralizaba para determinar, sobre muestra compuesta por turno, el uranio insoluble y el total.
- rebose de los espesadores cada hora, para control de pH y composición de una muestra por turno para determinación de impurezas, así como sólidos en el primero.
- flujo de reboses, horario en el primero y cada cuatro horas en los intermedios. El total de solución fértil se determinaba para cada turno en los depósitos de almacenamiento.
- nivel de interfases de líquido en los diferentes espesadores, cada media hora, para tener valores comprendidos entre 15 y 25 cm y actuando en consecuencia sobre la dosificación de floculante.

### 3.3.5. Ajuste de pH, cambio de ión y precipitación.

Estas operaciones se refieren al tratamiento de los líquidos a fin de lograr un concentrado de uranio. En la primera se trataba de obtener unos líquidos con valores de pH adecuados para cambio de ión y perfectamente clarificados. Las magnitudes en consideración fueron :

- consumo de lechada de cal
- sólidos producidos
- pérdidas de uranio
- filtrabilidad o manejo de los mismos

En cambio de ión se fijaba el uranio sobre las resinas para separarlo de la mayoría de las impurezas y luego se eluía. La información que interesaba era :

- contraste o confirmación con resultados de laboratorio
- capacidad de carga
- distribución y características de eluido
- necesidades de eluyente, y
- recuperación

Por último en la precipitación del concentrado había que tratar de obtener un producto que cumpliera especificaciones, para lo que había que recurrir a una operación en dos fases y recircular el mínimo de uranio. Por ello había que establecer :



- pH de corte entre primera y segunda precipitación
- relación hierro/fósforo en el eluido
- uranio reciclado en la primera torta
- necesidades de alcali
- características del concentrado

a) Equipo. El ajuste de acidez se realizaba en tres tanques cúbicos de  $2,75 \text{ m}^3$ , provistos de agitador de doble turbina de 500 mm de diámetro y accionados por motores de 3 CV/u. La lechada de cal se preparaba al 10 % a partir de hidróxido de calcio en un tanque agitado de 200 l y se alimentaba por gravedad. Los líquidos decantados se tomaban con una bomba de 25 mm de aspiración y se pasaban por un filtro clarificador de 10 hojas de 800 x 650 mm; el filtrado pasaba a un depósito elevado de almacenamiento de  $3 \text{ m}^3$  de capacidad. El sedimento se mezclaba con nueva solución madre y cuando había mucho se pasaba al sistema de decantación, en días que no perturbase a la experimentación.

El sistema de cambio de ión estaba formado (Fig. 1) por cuatro columnas de acero inoxidable de 55 cm de diámetro y 140 m de altura provistas de una placa perforada para soporte del lecho y un distribuidor de eluyente en cloruro de polivinilo. Tenían 167 litros de resina. Las columnas estaban provistas de los correspondientes rotámetros de carga y elución. Estaban ligadas por todo un sistema de tuberías y válvulas que permitían todas las combinaciones de flujo. Equipo complementario era el depósito de 250 l de preparación de eluyente de  $1 \text{ m}^3$ , así como el equipo de bombeo para el eluyente.

Los eluidos se recibían en tres tanques de  $1 \text{ m}^3/\text{u}$  en acero inoxidable y provistos de agitador y cortacorrientes de diseño normal con motores de 2 CV. En estos mismos tanques se procedía a la precipitación. Para el manejo de la torta de yeso y del concentrado se disponía de un filtro prensa con marcos de 400 x 400 mm y alimentado por una bomba de membrana Shriver con motor de 1,5 CV.

b) Operación. La solución fértil almacenada en los depósitos de los fosos se bombeaba a los reactores de ajuste de acidez. Allí se les agrega la lechada de cal a una velocidad tal que la operación durase dos horas hasta alcanzar el pH de ensayo (1,6 - 1,8) luego se deja agitando media hora más y se media de nuevo el pH reajustándolo si era preciso. El líquido se dejaba decantar un turno. La parte clarificada se bombeaba al depósito de almacenamiento.

to de cambio de ión pero pasando a través del filtro clarificador. Sobre el sedimento se cargaba nuevo líquido a ajustar y se repetía la operación hasta que el sedimento alcanzaba la mitad del depósito; entonces se recirculaba al sistema de lavado. Los controles de esta operación eran :

- consumo de lechada de cal, referido a cada carga
- sólidos producidos sobre cargas con depósito limpio
- estabilidad de las soluciones
- composición de los líquidos, especialmente uranio y sulfatos
- sólidos totales producidos para un volumen o cargas dadas con determinación de uranio reciclado en los mismos.

En cambio de ión, la solución fértil se alimenta a razón de  $0,67 \text{ m}^3/\text{h}$ , equivalentes a 18 min de contacto total y la operación se continuaba hasta que el efluente de la primera columna tuviese el mismo uranio que la entrada. Separada la columna de cabeza se la sometía a un lavado ascendente para eliminar los sólidos ocluidos y luego se iniciaba la elución. Esta se realizaba sobre la base de un tiempo de contacto de 20 min. En primer lugar se pasaba eluyente reciclado de una operación anterior y al eluido  $0,5-1,0$  volumen de lecho se enviaba a la solución fértil, luego se seguía con el eluyente reciclado pero el eluido se enviaba a precipitación; después se empleaba eluyente fresco  $1,1 \text{ M}$  en  $\text{NO}_3$  ( $0,3 \text{ M}$  en  $\text{HNO}_3$ ) recogiendo parte para precipitación y parte para eluyente reciclado. Por último se pasaba agua ácida, un volumen de lecho, para desplazar los restos de eluyente. Al introducir la columna en el sistema de carga los efluentes salían con algo de uranio (royal barren) y aunque en un circuito industrial se recircularían a lavado, aquí se despreciaron. Las medidas y controles se referían :

- flujos de carga, lavado y elución
- control del efluente de la primera y tercera columna (cada 4 h)
- muestras de eluido, cada medio volumen de lecho para establecer el fraccionamiento.

Del eluido destinado a precipitación se tomaba una muestra para analizar uranio y hierro. Luego si había defecto de este último se calentaba a  $35^\circ\text{C}$  y se agregaba solución de sulfato ferroso para alcanzar una relación hierro/uranio  $1,8$ , a fin de que las pérdidas de uranio en la primera torta fuesen pequeñas. Después se iniciaba la precipitación con lechada de cal hasta alcanzar pH 2, y luego se seguía con sosa al 30 % hasta pH 3; esta precipitación mixta permitía eliminar sulfatos y evitar su acumulación en el agente de elución. Después se dejaba decantar y el líquido claro se pasaba a

otro depósito para precipitar. La torta se filtraba y luego se repulpaba con cinco veces su volumen de agua y se volvía a filtrar, los líquidos de filtrado y lavado se juntaban a los iniciales. El conjunto de líquido claro se precipitaba con sosa al 30 %, hasta pH 7,0, procurando regular la adición para que la operación durase 3 h, luego se dejaba agitando media hora más, se volvía a medir el pH y se reajustaba si era preciso. Se dejaba decantar de 12 á 16 h y las aguas madres se sifonaban. El sedimento se filtraba. La torta se repulpaba con aproximadamente cinco veces su volumen y se volvía a filtrar para tener el concentrado final.

### 3.3.6. Cementación.

Sobre los líquidos resultantes de la recuperación del uranio por cambio de ión se practicó la cementación con chatarra de hierro. A escala de planta piloto las metas perseguidas se centraban en :

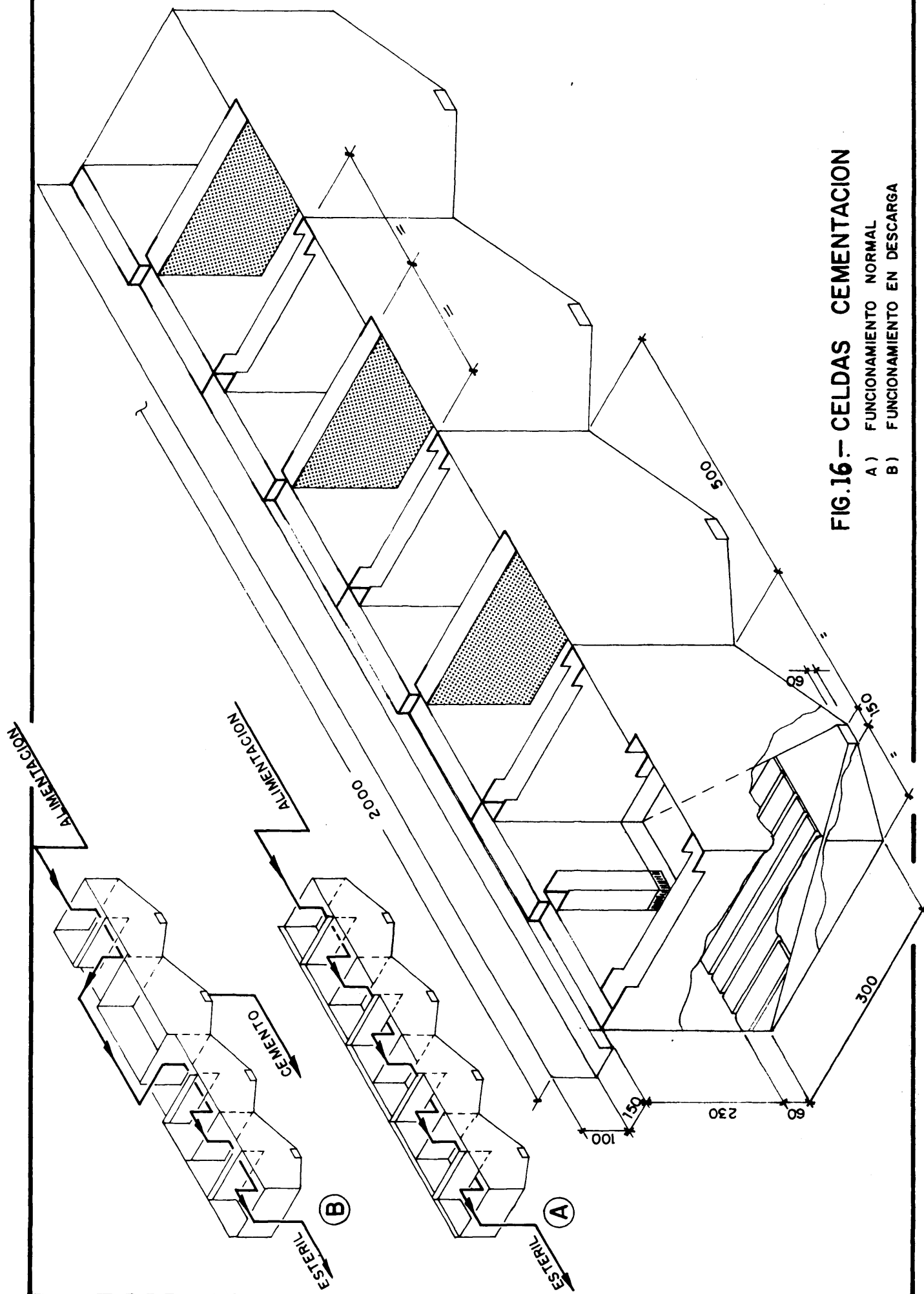
- confirmar o contrastar los resultados de laboratorio
- determinar cuál era el tipo de chatarra más adecuado
- ver si la chatarra perdía eficacia con el tiempo
- fijar el consumo de chatarra
- determinar las características del cemento de cobre (ley, granulometría, sedimentación, etc.).

Las experiencias se realizaron en marcha continua y los aspectos principales de la misma fueron :

a) Equipo. Estaba formado por un conjunto de cuatro unidades de 100 l de capacidad (figura 16), hecho de hierro ebonitado, que daban un tiempo de retención de 2 h. El flujo era en zig-zag y en caso de necesidad se podía aislar una de ellas para limpiarla de cobre. Un depósito de 5 m<sup>3</sup>, intermedio entre cambio de ión y cementación permitía independizar ambas secciones aunque requería una bomba adicional; sin embargo muy frecuentemente se redujo la velocidad de cambio de ión para adaptarla al volumen y tiempo de retención en cementación.

b) Operación. El sistema de canal utilizado se llenaba con chatarra y agua a un pH de valor aproximado (1,6-1,8) al que tenía la solución a tratar. Se controlaba el caudal para fijarlo en el valor establecido y se iniciaba la experiencia. Una vez obtenidas cuatro renovaciones del sistema se empezaba el control químico. Se tomaban :

- muestras de cada etapa de cementación cada 4 h, a fin de determinar pH, cobre y hierro.



- muestra cada media hora de la alimentación y estéril que se componían en una por turno y que se destinaban a análisis de uranio, cobre y pH.

- cuando una celda se sacaba del sistema, se tomaba muestra de la cás cara de cobre a fin de determinar su granulometría y ley.

La operación de cementación se continuaba al menos durante una semana. Cuando se estimaba que una celda estaba muy cargada en cobre se retiraba del circuito, y se quitaba toda la chatarra, se recogía el cobre existente en ella, se lavaba y se ponía de nuevo en operación después de cargarla de nuevo con chatarra y solución efluente o de carga según estuviese más próxima al extremo de descarga o de alimentación. La chatarra y el cobre retirado se lavaban bien para eliminar todas las sales básicas precipitadas. Al final de las operaciones se hacía una estimación de chatarra consumida frente a cobre mentado.

### 3.3.7. Flotación.

La flotación en planta piloto se aplicó al tratamiento del mineral según llegaba pero después de molido y sobre todo a los residuos resultantes del lavado en contracorriente y neutralizados. Los fines perseguidos en esta etapa eran :

- confirmar o contrastar los resultados de laboratorio, cuya fiabilidad era baja.
- establecer los circuitos más adecuados.
- hallar las condiciones de trabajo más adecuadas dentro de las variables más importantes.

el equipo experimental era el siguiente :

a) Equipo. Los ensayos se realizaron en una instalación de flotación que tenía de 12 á 13 celdas Denver "Sub A" número 5, construidas en hierro y con un volumen de 6,7 l/u. Los rotores estaban accionados por motores independientes de 0,25 CV provistos de poleas de garganta variable; la mayoría de la experimentación se hizo con una velocidad de rotación de 1250 rpm. La aireación de la pulpa fué libre y de acuerdo con la velocidad de giro indicada. Fig. 17

Como equipo auxiliar se disponía de dos reactores de 2 m<sup>3</sup>, agitados con motores de 4 CV y en los que se almacenaba la pulpa de alimentación al

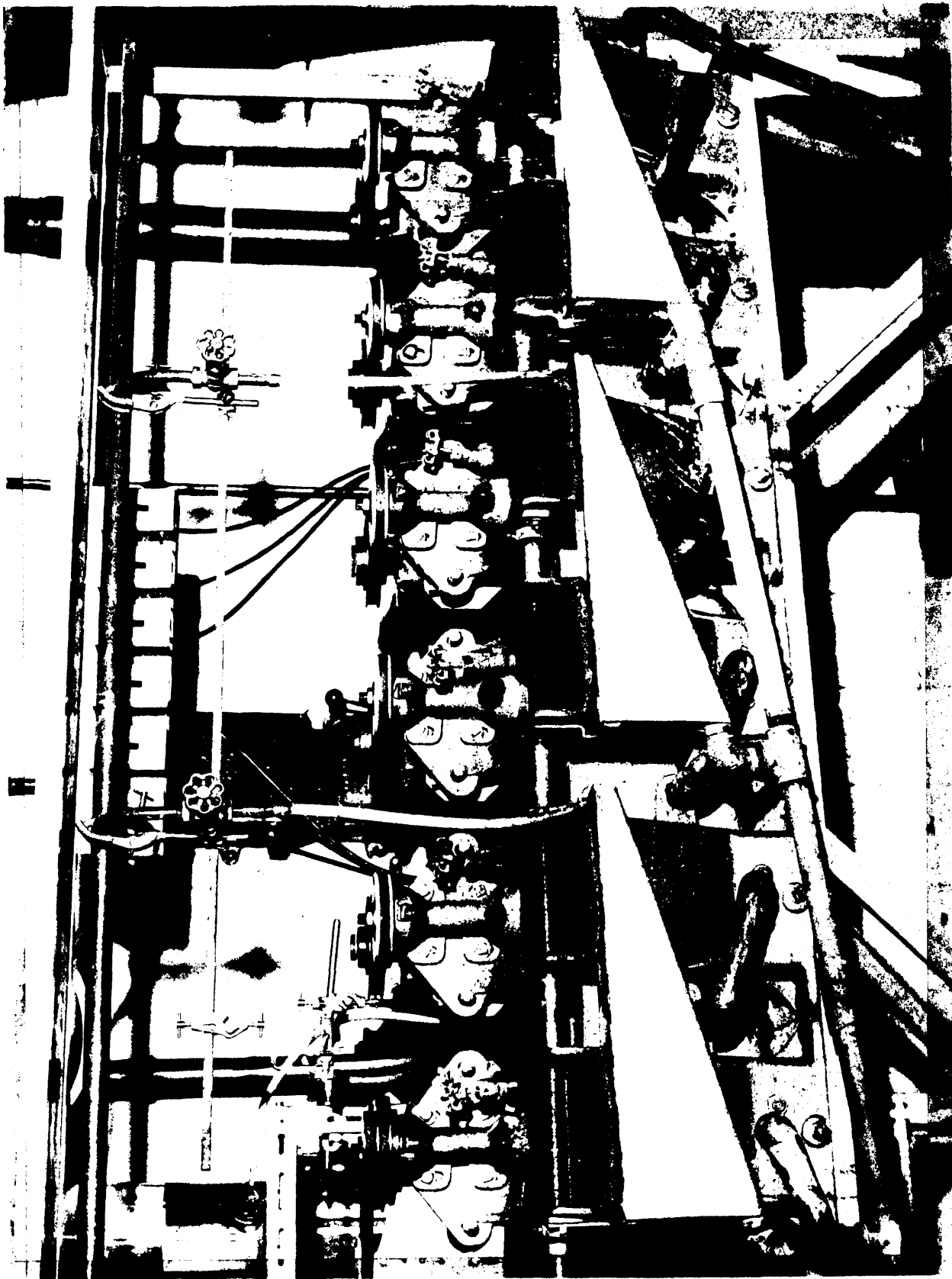


Fig. 17. Flotación del cobre de residuos.

sistema. Una bomba de diafragma de 19 mm que alimentaba a un depósito de ni vel constante intermedio. Otras bombas parecidas permitían su uso cuando era necesario para la recirculación de productos. Una bomba de arenas, vertical y de 15 mm en la impulsión accionada por motor de 2 CV realizaba la evacuación de estériles. En algunas ocasiones se puso una etapa de acondicionamiento antes de la flotación, para ello se disponía de un superacondicio nador Denver de aproximadamente 90 l y con agitador accionado por motor de 0,25 CV.

La alimentación del reactivo colector se hacía con una bomba volumétrica múltiple marca Brossitte que tomaba de una garrafa que tenía la solución de xantato. En un recipiente agitado se preparaba, aparte, la disolución anterior. El espumante se agregaba sin diluir, la dosificación se hacía desde frascos de Mariotte que terminaban en agujas epidérmicas cuya altura se podía graduar; un embudo conectado a un plástico flexible conducía las gotas a la pulpa. El floculante se dosificaba en varios puntos y cada uno estaba provisto de un frasco.

b) Operación. Los residuos procedentes del lavado en contracorriente se neutralizaban con cal y luego por cargas se pesaban a un tanque de almace namiento y alimentación. Una bomba de membrana de 19 mm elevaba la pulpa a un depósito de nivel constante. La descarga de la pulpa a partir de este se regulaba por la abertura de su orificio de salida y por la altura de la pulpa en el depósito. La descarga de pulpa caía en un embudo que recibía también cualquier agua adicional de dilución. La pulpa diluida podía pasar al acondicionador o directamente a las celdas de flotación. La adición del colector se realizaba bien en el acondicionador o más frecuentemente en la ba tería de flotación; en este caso la mayoría del colector se agregaba en ca beza y luego otra parte al principio del agotamiento. El espumante se adicio naba a lo largo de las celdas por grupos de dos o cuatro según comportamien to.

Los concentrados resultantes fluían a canales. En una parte de la ins talación las celdas estaban agrupadas de forma que cada dos vertían en una ca nal y así sus concentrados se podían recircular a celdas inmediatas por la acción aspirante de los rodets de las celdas. En la parte de agotamiento a cada canal daban cuatro celdas y la recirculación del producto resultante se hacía con bombas de membrana. La combinación o agrupación de celdas se varió a lo largo de la experimentación pues fué uno de los primeros factores que se

tomó en consideración (7.7).

El control de la operación también se modificó a lo largo de la expe  
rimentación pero el más frecuente comprendía :

- toma de muestras de la alimentación, concentrado y estéril cada dos horas para componer una muestra por turno.
- caudal de la alimentación y concentración en sólidos cada dos horas.
- caudal del agua de dilución con igual frecuencia.
- caudal del colector cada cuatro horas.
- reajuste de la adición de espumante según las exigencias de espumación y control de la dosificación cada dos horas.
- cuando se preparaba un reactor de alimentación se ajustaba la concentración en sólidos y el pH de la pulpa a los valores seleccionados para ensayo.
- en ocasiones (7.7.4.) en que se quería obtener información adicional sobre los circuitos, se tomaban muestras de todos los flujos.
- las muestras filtradas y secas se molidan y se analizaban por duplicado.

### 3.3.8. Neutralización de efluentes.

Esta operación fué completamente auxiliar y la única información dedu  
cida fué la del consumo de cal. Los efluentes sólidos, estériles del lavado, y los líquidos, estériles de cementación, se trataron independientemente.

a) Equipo. Se disponía de cuatro reactores de 1 m<sup>3</sup> semejantes a los de lixiviación (3.3.3.) y en ellos se realizó la neutralización por cargas.

b) Operación. En los efluentes de cementación la neutralización se realizó por cargas, aunque la adición de lechada de cal se iba agregando al mismo tiempo que el efluente. Finalmente el pH se ajustaba a aproximadamente 7,0 y la suspensión se bombeaba a un pequeño dique hecho con estériles de flotación. El otro depósito estaba en operación entretanto.

Para los estériles del lavado en contracorriente la operación de neutralización era semejante. Luego la pulpa neutralizada se bombeaba a los depósitos de almacenamiento previo a flotación, o se filtraban para almacenarlos como tortas y recircularlos en su día.



### 3.4. Control analítico.

#### 3.4.1. General.

La mayor parte de los análisis han sido realizados en el Laboratorio de Control de la División de Materiales de la J.E.N., según técnicas normalizadas ampliamente divulgadas en la bibliografía, por lo que no se entrará en una descripción detallada de las mismas. Algunos análisis espectrográficos semicuantitativos y otros químicos cuantitativos de muestras iniciales, fueron hechos por la Sección de Química Analítica de la División de Química de la J.E.N.

Los estudios realizados han exigido una serie de determinaciones analíticas, tanto en sólidos como en líquidos, de distintos elementos, principalmente uranio, cobre, hierro, fosfatos y sulfatos. El amplio intervalo de variación de alguno de estos elementos y la existencia de interacciones ha hecho necesaria la utilización de más de un método al objeto de conseguir la exactitud y precisión requeridas.

#### 3.4.2. Medidas físicas.

En los líquidos y pulpas se determinó con frecuencia el valor del pH para tener una idea de la acidez del medio. También se hicieron en ocasiones medidas del potencial redox que daban una aproximación del estado de oxidación, tan importante en los procesos de lixiviación.

La medida de pH se realizaba mediante el par electrodo de vidrio-electrodo de calomelanos con puente salino de solución saturada en cloruro potásico. Como aparato de medida se empleaba un medidor de pH Beckmann modelo H-2 que tenía compensador de temperatura. Previamente a las medidas se realizaba un ajuste de cero con solución tampón de pH 7,0 ó solución patrón de pH 3,5 para la zona de medidas ácidas.

La determinación del potencial redox se hacía mediante el par electrodo de platino-electrodo de calomelanos. Como equipo de lectura se empleaba el mismo utilizado para la medida de pH.

Otro método físico empleado en este trabajo fué el de la medida de la actividad en líquidos procedentes de cambio de ión, con el fin de controlar

el estado de carga de la columna de cabeza. El procedimiento consistía en registrar el número de impulsos generados en la unidad de tiempo, por una fuente radiactiva estática (el residuo sólido procedente de la evaporación de líquidos en estudio). La actividad era proporcional al contenido en uranio y permitía la comparación sobre todo con el nivel de la alimentación. Para la detección se utilizaba un contador de centelleo y una escala.

#### 3.4.3. Análisis de uranio.

Las determinaciones de uranio, tanto en líquidos como en sólidos, se han hecho según un método espectrofotométrico (208) basado, en esencia, en la eliminación de las interferencias por extracción del uranio con acetato de etilo, de una fase acuosa muy concentrada en nitrato de aluminio, y desarrollando el color en una alícuota de la fase orgánica con un reactivo formado por 1-3 difenil 1-3 propano-diona, complexona III y nitrato magnésico disueltos en piridina-agua. El campo de aplicación de este método es muy amplio.

En el análisis de sólidos puede emplearse en muestras cuyo contenido esté en el intervalo 50 g  $U_3O_8$ /t hasta el 1 %  $U_3O_8$  y aún más. Por consiguiente puede aplicarse al análisis tanto de alimentaciones como de residuos. Es aplicable, también, a líquidos cuyo contenido sea superior a 10 mg  $U_3O_8$ /l.

La precisión depende del contenido de la muestra que se analiza. En muestras con un contenido superior al 0,1 % en  $U_3O_8$ , el coeficiente de variación es inferior al 1 %. Para muestras de residuos con una ley de 100 g  $U_3O_8$ /t dicho coeficiente de variación es inferior al 5 %.

Las concentraciones elevadas de uranio en líquidos  $> 5$  g  $U_3O_8$ /l, como las obtenidas en elución, se determinaba gravimétricamente después de precipitar el uranio con peróxido de hidrógeno en medio tampon de pH 2,0-2,5 (nitríco-acético) y calcinar a  $U_3O_8$ .

#### 3.4.4. Análisis de hierro.

Las determinaciones de hierro se han hecho tanto en sólidos como en líquidos. En los primeros únicamente se ha analizado hierro total, mientras que en líquidos se han hecho determinaciones tanto de hierro total como de hierro ferroso.

Para el análisis de sólidos se procedió brevemente a la digestión con agua regia y en el líquido se determinaba el hierro. La digestión con este reactivo fué suficiente para la solubilización del hierro en las muestras estudiadas, según se comprobó comparándola con los resultados obtenidos por fusión con piro-sulfato potásico. En los líquidos se valoraba el hierro por volumetría.

En las determinaciones en líquidos se utilizaron dos métodos distintos según el contenido y dependiendo de si se valoraba hierro total o ferroso. El hierro ferroso y el hierro total, cuando el contenido de este último era inferior a 0,5 g/l, se valoraban por espectrofotometría, basándose en la coloración desarrollada al formarse el complejo de la orto-fenantrolina y el hierro II (29). El método es aplicable hasta concentraciones de 1 mg Fe/l. El coeficiente de variación es inferior al 2% si en el aforado final hay de 1 á 5 ppm de hierro.

La determinación del hierro total, cuando la concentración era superior a 0,5 g Fe/l, se hizo por volumetría con dicromato potásico. El método se basa en reducir todo el hierro a  $Fe^{2+}$  con  $Cl_2Sn$ , se elimina el exceso de este reactivo con  $Cl_2Hg$  y se valora con solución de dicromato potásico utilizando como indicador difenilamin-sulfonato sódico. Este método es muy preciso siendo el coeficiente de variación inferior al 1% si se valoran muestras que contengan de 10 á 50 mg de Fe.

#### 3.4.5. Determinación de cobre.

El análisis del cobre se hacía en muestras sólidas cuyas leyes oscilaban del 0,15 % Cu al 75 % Cu y en líquidos con un intervalo amplio que iban desde colas de cementación (0,1 g Cu/l) a líquidos de lixiviación (10 g Cu/l). El cobre de las muestras sólidas se solubilizaba por la acción del ácido perclórico en caliente, en ocasiones y a título comprobatorio se acudía a la fusión del residuo del ataque con perclórico.

Los líquidos resultantes del ataque de las muestras sólidas o procedentes de los ensayos de proceso se valoraban por dos métodos según fuese su concentración en cobre y la relación esperada de hierro a cobre.

Los líquidos relativamente concentrados, > 0,5 g Cu/l, o los procedentes de muestras con más del 1% Cu, se podían valorar por yodometría, con

tiosulfato y almidón como indicador. Si la relación de hierro a cobre era inferior a 100, la valoración se podía hacer sin separar el hierro e incluso sin filtrar los residuos del ataque de los sólidos. Para ello se ajustaba la acidez hasta precipitación incipiente del hierro y se agregaba biftuoruro amónico que acomplejaba al hierro-III y tamponaba el medio a pH 3. Al final de la valoración se agregaba tiocianato para ver más claramente el punto final. El método es rápido y preciso pues su coeficiente de variación es inferior al 1 %.

El cobre de líquidos diluidos se determinaba espectrofotométricamente. En medio amoniacal se forma el complejo interno amarillo-parduzco con el dietiliditiocarbamato sódico. Luego se extraía con acetato de etilo y se medía la absorción para una luz de  $\lambda = 430 \text{ m}\mu$ . Si había mucho hierro se agregaba complexona III y citrato amónico antes de formar el complejo de cobre. El coeficiente de variación fué del orden del 2 %.

#### 3.4.6. Análisis de fosfatos.

Los fosfatos se determinaron únicamente en los líquidos procedentes de lixiviación según un método espectrofotométrico (21) basado en la formación del ácido fosfomolibdico y reducción de éste a azul de molibdeno con hidroquinona y disolución de sulfito-bisulfito. La precisión de este método era suficiente para los fines de este trabajo, siendo el coeficiente de variación menor del 3 % en muestras cuyo contenido en el aforado final estaba comprendido entre 100 y 600  $\gamma$  de  $\text{P}_2\text{O}_5$ .

#### 3.4.7. Análisis de sulfatos.

El análisis de los sulfatos, en los líquidos de lixiviación, se hizo por gravimetría como sulfato de berio (21) método muy conocido y aplicado, de gran precisión pues su coeficiente de variación es menor del 0,5 % cuando en la alícuota, para análisis, hay de 100 á 500 mg de  $\text{SO}_4^{--}$ .

#### 3.4.8. Medida de la acidez libre.

Como se ha indicado antes (3.4.2) en la mayoría de los casos en que se quería tener idea de la acidez se recurría a la medida del pH. Sin embargo, en ocasiones y dada la región de medida ( $\text{pH} \leq 1$ ) el sistema era poco sensible y en estos casos era mejor acudir a la medida de la acidez libre. El pro

blena no es fácil para los líquidos de lixiviación separados por centrifugación y sin diluir, pues en ellos existían muchos iones hidrolizables que en la neutralización hasta pH 7 precipitaban y contribuían a la acidez total. Para evitar su acción se podían eliminar del medio por precipitación con ferrocianuro (hierro, uranio, etc.) o complejamiento con oxalato (212, 213), o bien simplemente reduciendo el hierro-III con tiosulfato, pues era el más abundante (214). Estos métodos daban valores coincidentes, pero eran bastante engorrosos.

Por el contrario existían métodos orientativos de planta (215) que valoraban con acidez hasta la aparición de precipitado de hidróxido férrico, su precisión era baja. J.L. Merino y B.R. Hernández (216) desarrollaron un método que se utilizó aquí y que consistía en valorar con solución patrón de bicarbonato sódico hasta un pH próximo al de hidrólisis de las especies más hidrolizables; el valor fijado fue el de pH = 2. El método era bastante reproducible, coeficiente de variación 5 %, aunque tenía un sesgo por defecto ( ~1 %) frente a los de precipitación o reducción.

### 3.5. Diseño y análisis de experiencias.

#### 3.5.1. Planteos clásicos y estadísticos.

En los últimos años han alcanzado gran difusión los métodos estadísticos para el diseño y análisis de experiencias. Su utilización en la investigación aplicada ha cobrado gran valor pues, en general, se trata de determinar las condiciones óptimas en un campo de estudio en que las variaciones de los efectos son pequeñas y pueden quedar enmascaradas por el error experimental. Las experiencias a escala piloto y sobre todo las realizadas a escala industrial son difíciles de controlar por completo, esto tiende a inflar el error con el peligro consiguiente de que este enmascare los posibles efectos. Además se ha desarrollado una gran variedad de planteos experimentales ( 217 - 218 ) que permiten obtener la máxima información sobre un fenómeno, o bien para una información y precisión deseada exigen el programa experimental más pequeño.

El método estadístico con sus etapas de :

- a) Planteo de las experiencias,
- b) Reducción de los datos experimentales, y
- c) Cálculo de la probabilidad de la hipótesis

presenta similitud con el científico cuyos casos fundamentales son :

- a) Establecimiento de una hipótesis,
- b) Planteo de experiencias para ensayar la hipótesis, y
- c) Comprobación de la hipótesis a la vista de los resultados experimentales.

Es evidente que el método estadístico no contribuye en nada a la parte más importante de la producción científica, alumbramiento de una idea original, función privativa de la imaginación creadora.

En la materialización de los diseños existen grandes diferencias entre la sistemática estadística y la clásica. Esta estudia cada variable in dependientemente de las otras, es decir, elige unas condiciones que se mantienen fijas y hace una serie de ensayos variando únicamente el factor en es tudio. Una vez obtenidos los resultados de esta serie se retiene la condición que dé la mejor respuestas y se pasa a ensayar un nuevo factor, de la misma forma, fijando el nivel de la variable anterior en la condición obtenida como óptima. Se sigue de este modo con cada una de las variables y finalmente se considera como el mejor tratamiento el que combina las condiciones encontradas como óptimas para cada variable, considerade independientemente. A esta técnica se le pueden presentar varias objeciones.

a) Si no se dispone de información previa es necesario hacer los ensa yes, o al menos algunos de ellos, repetidos para tener una medida de la variabilidad de los resultados, que permita determinar qué efectos son significativos pues, cuanto mayor sea el error experimental, mayor ha de ser la magnitud del efecto para que pueda considerarse significativo.

b) Admite la no existencia de interacciones entre los distintos factores, es decir, supone que el efecto de un factor es independiente de los niveles a los que se encuentran los otros.

c) Por otra parte la investigación, especialmente la aplicada, ha de tener siempre en cuenta el aspecto económico y, por tanto, ha de conseguir la información buscada con el mínimo coste, es decir utilizando el diseño más sencillo que suministre dicha información. El planteo que se basa en variar un factor cada vez no presenta flexibilidad en este sentido.

Entre las ventajas principales de los diseños estadísticos sobre el

clásico se pueden considerar (217, 218) :

a) El mismo planteo da, en la mayoría de los casos, una medida interna del error experimental sin necesidad de hacer ensayos repetidos.

b) Determina la magnitud de los efectos con la máxima precisión posible, ya que usa los ensayos del planteo para medir cada efecto.

c) Suministran un conocimiento más amplio del fenómeno en estudio al dar una medida de las interacciones de los distintos factores considerados, evitando conclusiones erróneas.

d) Permite asignar a las conclusiones un determinado grado de confianza, de acuerdo con el error experimental de los ensayos y el número de estos; o bien, en sentido inverso, puede calcularse el número de ensayos necesario para que las conclusiones tengan determinado grado de confianza.

La mayor parte del trabajo experimental que se presenta en los capítulos siguientes tiene por objeto la determinación de las condiciones más adecuadas para el beneficio del mineral estudiado. En estas condiciones, el campo de experimentación que normalmente se elige suele ser relativamente estrecho, ya que se va al intervalo práctico de aplicación, y los efectos en dicho campo de variación, caso de existir, son pequeños; esto hace necesario la utilización de un buen sistema de control y decisión frente a los errores experimentales. Por ello se ha recurrido a los planteos estadísticos : comparación de medias, correlación y regresión, y, sobre todo a los factoriales, especialmente los sencillos con dos niveles, según el esquema  $2^n$ .

Las técnicas estadísticas se basan (219) en los conceptos de : población o universo, muestra, grados de libertad, medias, varianza y desviación típica. Consideran el error para un nivel de significación o probabilidad determinado (220). La comparación de medias, el análisis de la varianza y la hipótesis nula son sus instrumentos fundamentales. Antes de pasar a la discusión del análisis de la varianza y de los planteos, interesa dedicar más atención al concepto de hipótesis nula.

La hipótesis nula supone que no hay variación entre las respuestas a los tratamientos, es decir, que pertenecen a la misma población, y por con-

siguiente la diferencia entre ellas es debida al error experimental. Por comparación con las distribuciones tipo de los estadísticos (medias o varianzas) se puede ver si realmente es así o si, para una probabilidad dada, la hipótesis nula es inadmisibile, y la diferencia hay que atribuirla a la variación del tratamiento. Al establecer una probabilidad para la hipótesis nula se corre el riesgo de rechazarla como falsa siendo verdadera (se tiene un error del tipo I (221); por otra parte, también se tiene el riesgo de aceptarla como verdadera siendo falsa (error del tipo II); la consideración de estos errores junto con magnitud a apreciar y la desviación típica, fijan el tamaño del experimento (222). Para evitar las desviaciones sistemáticas hay que tratar de realizar los ensayos al azar.

En la interpretación de los resultados del análisis estadístico hay que proceder con cautela, especialmente cuando los ensayos se hacen por sencillo y se engloban las interacciones en el residual que estima el error experimental. Las interacciones que se vayan a englobar en el residual se deben fijar al programar los ensayos, basados en el conocimiento del problema, y nunca "a posteriori" según los resultados obtenidos. También conviene fijar de antemano el nivel de significación, probabilidad o riesgo de equivocación. El nivel será tanto menor cuanto más importante sea el efecto que se quiere medir. No hay nada establecido sobre la elección de estos niveles pero los más utilizados en investigaciones de este tipo son los niveles del 10 % al 1 %.

El cálculo numérico necesario para la resolución de los planteos estadísticos se puede hacer con relativa rapidez con una sistematización adecuada y utilizando una máquina corriente de cálculo. Por otra parte si se emplean con frecuencia algunos planteos, es conveniente preparar programas para su resolución mediante calculadores electrónicos que permiten disponer de los resultados en un tiempo muy corto; en esta investigación se ha hecho uso de los programas elaborados por P. Gasós (223) para una unidad Univac UCT (USS-90) de Remington Rand (224 - 225).

### 3.5.2. Comparación de medias y análisis de la varianza.

Los datos obtenidos en la experimentación pueden proceder de una misma población, cuando no hay influencia de las variables, o de universos diferentes cuando existe un efecto real. En realidad se obtiene una muestra o muestras que corresponden a los valores verdaderos más los errores. En la inter



pretación de los diseños se acepta que los valores experimentales se ajustan o son asilados a una distribución normal o de Gauss caracterizada por dos parámetros,  $\mu$  y  $\sigma^2$ , la media y la varianza, que mide el grado de dispersión alrededor de la media. Como estimadores se utilizan la media aritmética,  $\bar{x}$ , y la varianza  $s^2$ , calculada por :

$$s^2 = \sum (x_i - \bar{x})^2 / (n - 1)$$

donde  $(n - 1)$  son los grados de libertad (gdl), es decir, que para una muestra de tamaño  $n$  y media  $\bar{x}$ , se pueden elegir arbitrariamente  $(n - 1)$  valores de  $x_i$ . La distribución de los errores se acepta que es normal con media cero y desviación típica (raíz cuadrada de la varianza) variable para cada caso,  $N(0, S)$ .

Las medias y varianzas calculadas a partir de las muestras, son estimadores de los verdaderos parámetros de la población y si se toman distintas muestras, los estimadores calculados no coinciden, sino que más bien se adaptan a determinadas distribuciones :

- la  $t$  de Student para las medias, y
- la  $F$  de Fisher para las varianzas

La primera es simétrica como la normal y está tabulada para cada tamaño de muestra. La de  $F$  de Fisher, para la relación de varianzas, es asimétrica y se encuentra tabulada en función de los grados de libertad de cada una de las varianzas, con la varianza mayor en el numerador. Estas dos distribuciones, junto con la hipótesis nula, discutida anteriormente, permite la interpretación de la mayoría de los planteos. Hay que señalar además las propiedades de la varianza :

- si una población se distribuye con una varianza  $\sigma^2$ , las medias de muestras de tamaño  $n$  se distribuyen con una varianza  $\sigma^2/n$ , es decir, que cuanto mayor sea el tamaño de las muestras, menor será la dispersión y mayor la precisión.

- si hay varias causas que contribuyen a la variabilidad, la varianza total es igual a la suma de las varianzas de las distintas causas.

Así se puede desglosar la varianza total de un experimento en las varianzas de cada una de las causas que contribuyen a ella, y con la prueba  $F$

comparar cada varianza elemental con la debida al error experimental. Esto permite establecer, para el nivel de significación elegido, si la variación introducida por esa causa es del orden del error experimental, o si por el contrario resulta mayor y se debe atribuir a un efecto real, provocado por esa causa.

### 3.5.3. Diseños factoriales.

Son los diseños más adecuados para estudiar un sistema con distintas variables entre las que además se pueda esperar que existan interacciones. Se denominan así porque estudian todas las combinaciones de tratamiento posibles al combinar todos los factores a todos los niveles; así si se trata de hallar la combinación de tratamiento que dé el mejor resultado en un sistema con tres niveles posibles de temperatura, cuatro niveles de concentración de reactivo y cinco de tiempo de retención, el programa experimental comprendería :  $3 \times 4 \times 5 = 60$  ensayos.

A primera vista el número de ensayos parece elevado, sobre todo si hay que estudiar varios factores, en un amplio campo de variación. Sin embargo, el conocimiento previo del problema permite reducir el número de factores o al menos el campo a estudiar. Además, es aconsejable realizar dos o más planteos progresivos, teniendo en cuenta los resultados del anterior. Por otra parte, existen planteos factoriales reducidos que, permiten disminuir el número de ensayos sin perder información sobre los puntos principales; sin embargo es necesario un conocimiento amplio del problema para evitar conclusiones erróneas.

Los planteos factoriales más sencillos son los que consideran dos niveles. Para  $n$  factores, el número de ensayos a realizar es de  $2^n$ . Su mayor interés es para la investigación de problemas poco conocidos pues se puede abarcar un campo amplio con pocos ensayos. También tiene mucha importancia en el establecimiento de condiciones óptimas, ya que se presta bien a los planteos progresivos y se evitan las zonas sin interés.

Los diseños deben tener ortogonalidad, (226), esto permite estimar los distintos efectos con independencia unos de otros. La ortogonalidad se consigue en los diseños factoriales completos por la simetría del planteo al realizar todas las combinaciones posibles. También se puede obtener con planteos reducidos (227).

Los efectos principales miden la diferencia en la respuesta media al pasar del nivel inferior de un factor al superior. La interacción de los factores, a dos niveles, mide la extensión en que difiere el efecto de un factor a cada uno de los niveles del otro. De la misma forma se definen las interacciones de orden superior. Para la estimación de los efectos se realizan todos los ensayos, aumentando la precisión, ya que la varianza es inversamente proporcional al tamaño de la muestra.

Si se considera un experimento factorial,  $2^5$ , es decir, de 32 ensayos, el efecto E de un factor viene medido por una expresión similar a la siguiente :

$$E = (1/2^4) (\text{suma de 16 ensayos con la variable a nivel superior}) \\ - (1/2^4) (\text{suma de 16 ensayos con la variable a nivel inferior})$$

Si la varianza del error experimental para un ensayo es  $s_0^2$ , la del efecto estimado  $s_E^2$ , será :

$$s_E^2 = (1/2^4)^2 (1^2 + 1^2 + \dots + 1^2 + 1^2) s_0^2 = (1/2^3) s_0^2$$

y en general, para un diseño  $2^n$  la varianza del efecto estimado será :

$$s_E^2 = (1/2^{n-2}) s_0^2$$

o sea que al aumentar el tamaño del experimento se aumenta la precisión de los resultados. Si se tiene una estimación previa del error experimental,  $s_0^2$ , se puede utilizar la expresión anterior para determinar el tamaño del experimento necesario para conseguir una cierta precisión.

Cuando no se dispone de una estimación previa de la varianza del error, el planteo factorial puede proporcionar una estimación interna del mismo aun sin necesidad de hacer ensayos repetidos. En un estudio experimental con varios factores son probables los efectos principales y las interacciones entre dos factores, menos probables las interacciones de tres factores y muy poco probables la de orden superior; y si no existen estos efectos los cuadrados medios correspondientes se deberan a la varianza del error y englobando todas las interacciones no significativas se puede tener una estimación de la misma. Esto hay que hacerlo con precaución y preferiblemente "a priori" pues al comparar dos varianzas de la misma población

con 1 gdl cada una pueden dar, muy probablemente, relaciones muy altas (para un nivel de significación de 0,01 puede llegar a un valor de 4052).

Realizado el análisis de la varianza y visto qué efectos e interacciones son significativos se determina su magnitud como se ha indicado antes (226), teniendo en cuenta que los que no son significativos tienen una magnitud nula. A partir de los efectos estimados se pueden recalcular las respuestas más probables para cada combinación de tratamiento, el resultado no coincidirá exactamente con el valor experimental si en el análisis resultaron algunos efectos no significativos. A cada respuesta calculada se le puede asignar un intervalo de confianza utilizando la varianza dada y en la que  $S_b^2$  se ha obtenido englobando las interacciones de orden superior.

Cuando los factores se ensayan a más de dos niveles, cada efecto tiene más de 1 gdl y, si se trata de un factor cuantitativo, se puede utilizar cada grado de libertad para calcular un componente lineal, cuadrático, cúbico, etc. y obtener una correlación entre el factor en cuestión y la respuesta. De igual manera se pueden descomponer las correspondientes interacciones, así, por ejemplo, si hubiese un planteo con un factor A a tres niveles y otro B también a tres niveles y que ambos fuesen cuantitativos la interacción entre ellos se podría descomponer en :

|   |       |
|---|-------|
| Interacción del efecto lineal de A con el efecto lineal de B, que tendría :         | 1 gdl |
| Interacción del efecto cuadrático de A con el efecto lineal de B, que tendría :     | 1 gdl |
| Interacción del efecto lineal de A con el efecto cuadrático de B, que tendría :     | 1 gdl |
| Interacción del efecto cuadrático de A con el efecto cuadrático de B, que tendría : | 1 gdl |

La probabilidad de las interacciones es menor a medida que es mayor el orden de sus componentes. Cuando los factores son cuantitativos, es necesario realizar el desglose indicado pues al promediar el cuadrado medio de toda la interacción, una parte de ella, p.ej.: la interacción de los efectos lineales, podría quedar enmascarada.

Para aprovechar al máximo la información conviene disponer los niveles de forma tal que se mantenga la diferencia entre cada dos consecutivos, o bien que, mediante un cambio de variable, se pueda reducir a una diferencia

constante. Así se simplifican los cálculos de ajuste de curvas, pues utilizando los polinomios ortogonales se puede recurrir a valores tabulados (228).

#### 3.5.4. Correlación, regresión y ajuste de curvas.

Las técnicas de regresión y correlación permiten explorar o ponderar las relaciones que existen entre variables. Cuando se puede postular una relación única entre variables se dice que están relacionadas funcionalmente. Si se representa en un diagrama de coordenadas cartesianas la distribución empírica de una variable bidimensional, se obtiene una nube de puntos. Si esa nube se ajusta más o menos a una línea, se puede esperar que exista una relación entre las variables. El problema que se plantea entonces es doble:

- a) Medir la asociación entre las variables, y
- b) Predecir el valor de una variable dado el de la otra

El grado de asociación se mide por un estadístico derivado, el coeficiente de correlación, r, en el que interviene el estadístico covarianza,  $cov(xy)$ , y las desviaciones típicas de cada distribución,  $S_x$  y  $S_y$ . Se puede expresar por :

$$r = \frac{cov(xy)}{S_x S_y} = \frac{[\sum (x-\bar{x})(y-\bar{y})] / (n-1)}{\sqrt{[\sum (x-\bar{x})^2 / (n-1)][\sum (y-\bar{y})^2 / (n-1)]}} = \frac{\sum (x-\bar{x})(y-\bar{y})}{\sqrt{\sum (x-\bar{x})^2 \sum (y-\bar{y})^2}}$$

La correlación puede ser positiva o negativa. En el primer caso cuando una variable tiende a aumentar aumenta la otra; en el segundo si una variable tiende a disminuir, la otra aumenta. Su valor está comprendido entre -1 y +1, indicando los valores altos una gran asociación y los bajos una pequeña. Es interesante dilucidar si un valor dado del coeficiente de correlación estimado a partir de una muestra, puede proceder de un universo normal con  $r = 0$ , es decir en el que no existía ninguna relación entre  $x$  e  $y$ ; para saberlo hay tablas que dan los valores máximos previsible para diferentes niveles de significación y los grados de libertad,  $(n-2)$ , asociados con el valor calculado a partir de la muestra.

Para predecir el valor de una variable a partir de los de la otra hay que recurrir a técnicas de regresión. Normalmente las relaciones entre las variables no son únicas y a un valor de una variable le suelen corresponder varios de la otra, no solo por los errores experimentales sino por los

de la propia población, por ello se deben relacionar los valores medios. La gráfica del valor medio de una variable para valores dados de otra, cuando se refiere a toda una población, se denomina regresión. Si se consideran las variables en orden inverso se tiene otra línea de regresión que por lo general no coincide con la primera.

El caso más sencillo de regresión corresponde a la lineal, es decir cuando el diagrama de dispersión se parece a una recta. El problema en este caso es determinar qué recta da las mejores estimaciones de la variable y conocida la de x; o sea hallar la recta de regresión de y sobre x. Si se designa por Y el valor estimado de y, la recta de regresión de y sobre x, sería :

$$Y = a + bx$$

en la que a y b se determinan corrientemente con el criterio de que la suma de los cuadrados de los errores,  $E_1 = y_1 - Y_1$ , sea mínima, es decir :

$$\sum (y_1 - Y_1)^2 = \sum (y_1 - a - bx_1)^2 = f(a, b) = \text{mínimo}$$

derivando esta ecuación, reagrupando y substituyendo luego se pueden hallar los valores de a y b a partir de los datos experimentales, resultando :

$$\begin{aligned} a &= \bar{y} - b\bar{x} \\ b &= [\sum (x - \bar{x})(y - \bar{y})] / \sum (x - \bar{x})^2 \end{aligned}$$

b es el coeficiente de regresión de y sobre x. Por lo que se refiere a errores hay que señalar :

a) La variación respecto a la regresión. La precisión de la ecuación de regresión de y sobre x,

$$Y = \bar{y} + b(x - \bar{x})$$

dependerá del tamaño, n, de la muestra, de la magnitud de la dispersión alrededor de la regresión y del recorrido de la variable x. La suma de cuadrados, respecto a la regresión,  $\sum (y - Y)^2$ , se basa en  $(n - 2)$  gdl, ya que en el cálculo de la regresión se han consumido dos grados de libertad, uno para la media  $\bar{y}$ , y otro para el coeficiente de regresión b. Dividiendo la suma de cuadrados por los grados de libertad, se tiene una estimación de  $s^2$ ,

varianza respecto a la regresión, o sea la debida a la dispersión de los puntos experimentales alrededor de la recta.

b) La varianza del coeficiente de regresión. Se calcula a partir de la varianza anterior dividiéndola por la suma de cuadrados correspondiente a la variable independiente :

$$v(b) = (s^2 / \sum (x - \bar{x})^2)$$

Está asociado a  $(n-2)$  gdl. Mediante la función t de Student se pueden calcular sus límites de confianza.

c) El error típico de la estimación de regresión ( $Y_k$ ), error típico de un punto de la línea de regresión, o media de  $y$  para un valor dado de  $x$ , procede de los errores de las constantes a y b y está dado por :

$$ET(Y_k) = s \sqrt{(1/n) + [(x_k - \bar{x})^2 / \sum (x - \bar{x})^2]}$$

y es mínimo para  $x_k = \bar{x}$ .

d) El error típico de una observación futura. Se obtiene combinando el error típico de la estimación de regresión, c), y el debido a la variación respecto a la recta de regresión a), y resulta :

$$ET(Y_k) = s \sqrt{[1 + (1/n)] + [(x_k - \bar{x})^2 / \sum (x - \bar{x})^2]}$$

los límites de confianza se basarán en  $(n-2)$  gdl y el nivel  $\alpha$  que se fije.

Puede ocurrir que la nube de puntos no se parezca a una recta, sino que semeje más bien una parábola, o que por si se realizase un cambio de variables se ajustase a una recta convirtiéndose en un caso particular del indicado antes. Si no es esto último se trataría de buscar la línea que diese la mejor estimación; un caso sencillo sería, p.ej.: una parábola de segundo orden :

$$Y = b_0 + b_1 x + b_2 x^2$$

donde las constantes  $b_0$ ,  $b_1$  y  $b_2$  se determinarían a partir de los pares de valores observados  $(x_i, y_i)$ . En la determinación se establece un criterio, el más usado es el mínimo cuadrático, es decir que :

$$\sum (y_i - \hat{y}_i)^2 = \sum [y_i - (b_0 + b_1 x + b_2 x^2)]^2 = F(b_0, b_1, b_2)$$

sea mínimo. La misma doctrina es aplicable a las parábolas de orden superior.

En los experimentos programados con vistas a la regresión parabólica es conveniente espaciar adecuadamente los niveles de la variable independiente. El empleo de los polinomios ortogonales facilita los cálculos y la comparación de las diferentes curvas sucesivas crecientes frente a la varianza del residual (229).



## CAPITULO IV

**DIAGRAMAS  
POSIBLES**

#### 4. DIAGRAMAS POSIBLES.

##### 4.1. Objetivo.

El problema que dió origen a este estudio fué el interés en recuperar el uranio y el cobre presentes en una mena doble de estos metales. Además el tratamiento había que realizarlo en una fábrica existente cuyo diagrama se indica en la figura 18. Interesaba llegar a un proceso que requiriese el mínimo de modificaciones en la fábrica indicada.

Resumiendo se presentaba como objetivo,

- Desarrollar un proceso para recuperar el uranio y el cobre de una mena doble.

Con el condicionamiento de que :

- El proceso debía ser realizable en un circuito convencional de tratamiento de minerales de uranio que tuviese las etapas de : molienda húmeda, espesamiento, ataque ácido, decantación en contracorriente, cambio de ión con resinas y neutralización de estériles.

Los tres diagramas más directos, teniendo en cuenta que el cobre estaba en el mineral en forma oxidada y de sulfuro, eran los indicados en la figura 19, es decir :

a) Tostación del mineral según viniese atacando con ácido a continuación y recuperando el uranio y el cobre de los líquidos.

b) Flotación del mineral todo uno, seguida de la tostación de los concentrados de tostación y de la lixiviación conjunta del producto calcinado y de los estériles de flotación. Recuperación del uranio y del cobre solubilizados.

c) Realización del circuito normal de uranio y recuperación del cobre de los líquidos efluentes de cambio de ión y de las pulpas resultantes del sistema de lavado.

A continuación se discuten cada uno de estos circuitos indicando sus ventajas e inconvenientes, así como el detalle de sus diferentes fases y las variantes posibles dentro de los mismos.

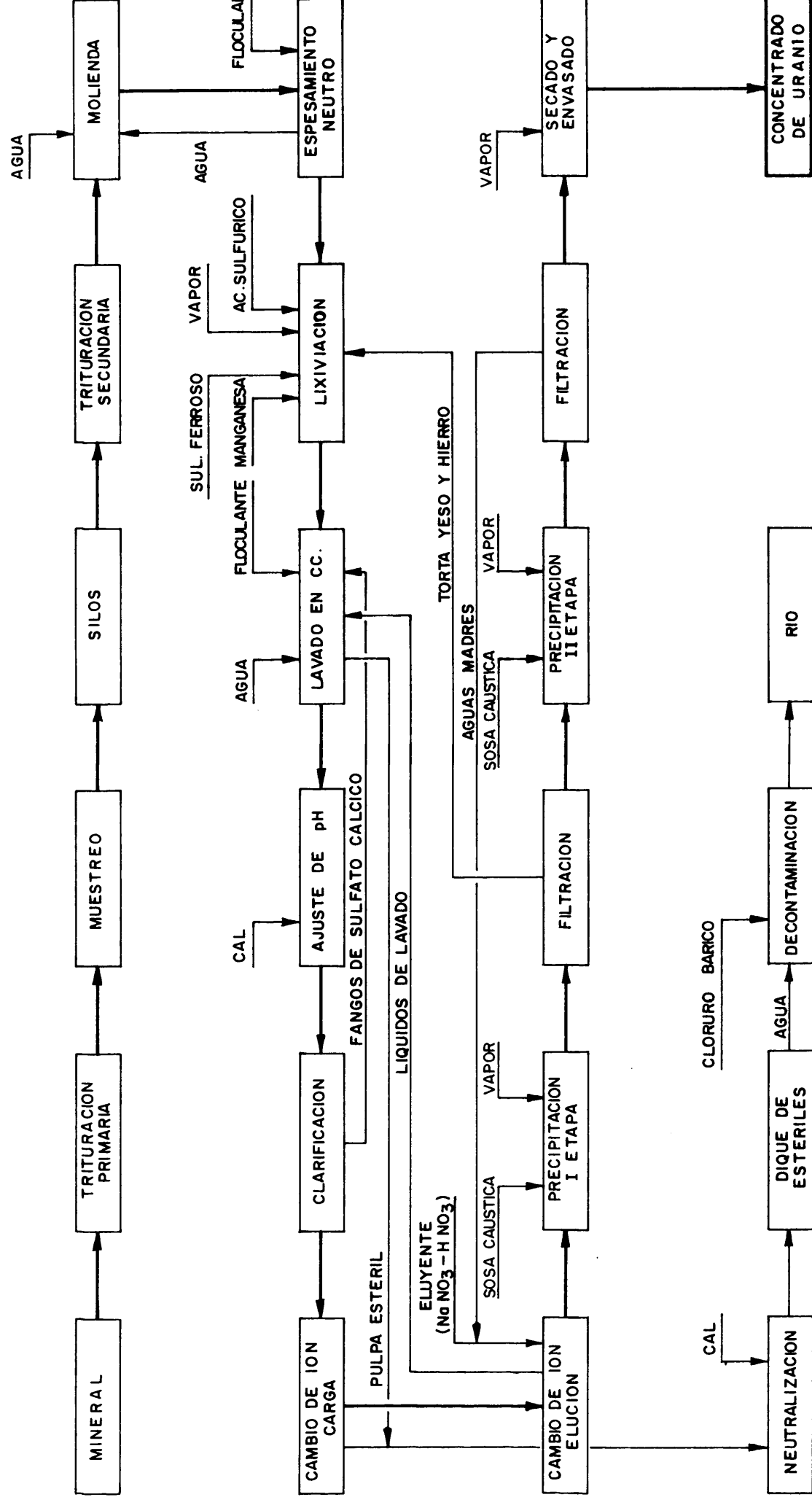


FIG.18 --DIAGRAMA DE FLUJO DE LA F.U.G.H.V. PARA MINERALES SIMPLES DE URANIO.

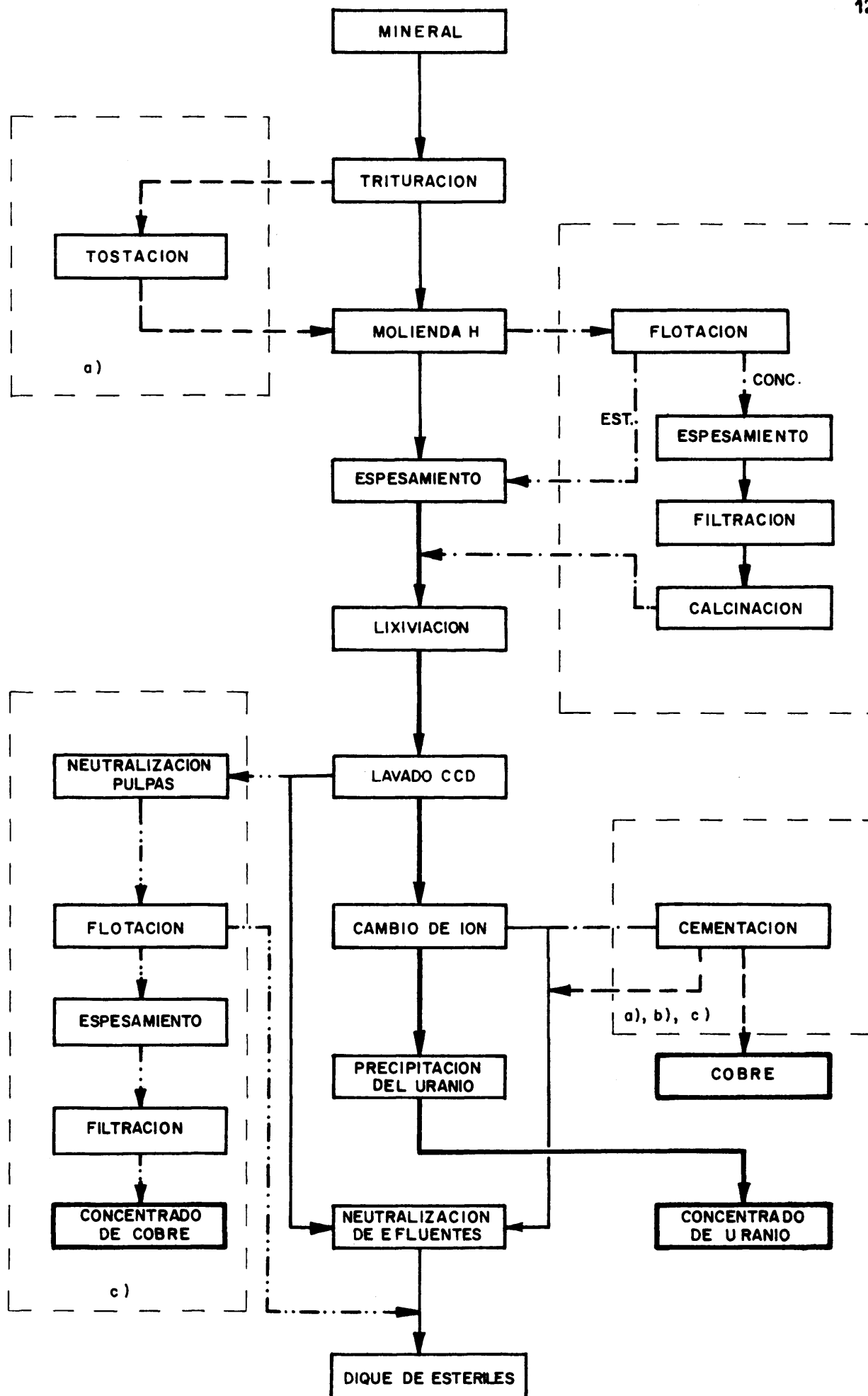


FIG.19 .— MODIFICACIONES AL DIAGRAMA PARA MINERALES SIMPLES DE URANIO.

#### 4.2. Tostación del mineral todo uno.

Este diagrama solamente implicaría las modificaciones sobre el establecido para el uranio (figura 19, a) de :

- i) Tostación resultante del mineral triturado, y
- ii) Cementación del cobre de los estériles de cambio de ión

Se considera la cementación y no la electrolisis por la gran concentración de impurezas acompañantes al cobre en solución.

Los productos resultantes del proceso serían un concentrado de uranio y otro de cemento de cobre.

Las adiciones que habría que hacer al circuito de uranio serían :

- una instalación de tostación, y
- otra de cementación de cobre

El desembolso previsible para una capacidad de 200 t/d sería de unos 13 millones de pesetas.

Con el fin de lograr la máxima disolución del cobre habría que calentar a unos 675 °C (230) con aporte de calor pues dada la baja ley del azufre del mineral la reacción no sería automantenida. La temperatura de tostación necesaria para la disolución del cobre tendría la contrapartida de la insolubilización parcial del uranio.

Las dificultades previsibles de tipo químico serían :

- aumento de la dosis de ácido
- menor rendimiento de uranio
- mayor concentración de impurezas
- menor capacidad de las resinas de cambio iónico como consecuencia de lo anterior.

Una ventaja sería la obtención de un producto de cobre de calidad elevada.

Como variante existiría la posibilidad de realizar la tostación a baja temperatura, unos 450 °C, para no insolubilizar el uranio. Lixiviar y de los sólidos estériles recuperar, por flotación, el cobre que hubiere quedado sin disolver. Una vez filtrado este concentrado se podría agregar a la alimentación de la tostación. El cobre solubilizado se seguiría recuperando

por cementación. La ventaja principal de esta variante sería el mayor rendimiento en uranio, pero esto llevaría consigo una mayor inversión, unos 19 millones de pesetas.

#### 4.3. Flotación previa.

Este diagrama señalado con b) en la figura 19 llevaría a un circuito con las etapas siguientes :

- i) Trituración
- ii) Molienda húmeda
- iii) Flotación de la pulpa rebosa del espesador (nueva)
- iv) Espesamiento, filtración y calcinación del concentrado (nuevas)
- v) Espesamiento del estéril de flotación
- vi) Lixiviación conjunta de los estériles y concentrados tostados de flotación.
- vii) Decantación en contracorriente
- viii) Cambio de ión
- ix) Precipitación de alúidos para obtener los concentrados de uranio
- x) Cementación del cobre de los estériles de cambio de ión (nueva)
- xi) Neutralización de estériles

Como se ve habría tres nuevas etapas respecto al diagrama seguido para el uranio solo. Los productos resultantes serían un concentrado de uranio y otro de cemento de cobre.

Las adiciones que habría que hacer al circuito de uranio serían :

- una instalación de flotación
- otra de tratamiento de concentrados (espesador, filtro y calcinador), y
- otra de cementación

El desembolso previsible para una capacidad de 200 t/d sería de unos 17 millones de pesetas.

Las dificultades de tipo químico a esperar se referirían a :

- aumento del consumo de la dosis de ácido
- mayor concentración de impurezas en las soluciones fértiles
- menor capacidad en cambio de ión como consecuencia de lo anterior

Una ventaja sería la obtención de un producto de cobre de calidad superior.

Como variante dentro de este diagrama existiría la posibilidad de espesar y filtrar los concentrados de cobre vendiéndolos como tales y no preocuparse más del cobre existente en los residuos de flotación. Como ventajas estaría la menor inversión y como inconvenientes :

- menor recuperación de cobre y en producto de calidad inferior,
- posibles pérdidas de uranio en el concentrado de cobre

#### 4.4. Lixiviación directa del mineral.

Es el diagrama señalado como c) en la figura 19. El circuito completo sería :

- i) Trituración
- ii) Molienda húmeda
- iii) Espesamiento neutro
- iv) Lixiviación
- v) Decantación en contracorriente
- vi) Cambio de ión
- vii) Precipitación de eluidos para obtener el concentrado de uranio
- viii) Cementación del cobre de los estériles de cambio de ión (nueva)
- ix) Flotación del cobre de los residuos de decantación en contracorriente (nueva).
- x) Espesamiento y filtración de los concentrados (nueva)
- xi) Neutralización de estériles

Como en el b) habría tres etapas nuevas respecto al diagrama de uranio solo, aunque se omitiría la tostación de los concentrados de flotación.

Los productos resultantes serían un concentrado de uranio, un concentrado de cobre de flotación y otro concentrado de cobre de cementación.

Las adiciones que habría que hacer al circuito de uranio serían :

- una instalación de cementación
- una instalación de flotación
- otra de tratamiento de los concentrados de flotación (espesador y filtro).

El desembolso previsible para una capacidad de 200 t/d sería de unos 10 millones de pesetas.

La incidencia sobre el circuito de uranio sería mínima, únicamente

desdoblar, para efluentes líquidos y pulpas, la sección de neutralización de residuos. En realidad los circuitos del uranio y del cobre serían independientes.

Frente al circuito b) cabría esperar una mejor recuperación de cobre aunque en parte como producto de calidad inferior.

#### 4.5. Discusión.

De los tres diagramas básicos anteriores se descartó el de tostación directa del mineral, ya que requería una inversión del orden de magnitud o ligeramente más alta que la mínima en concurrencia y además habría que agregar el incremento de costes de operación (combustible, consumo mayor de ácido, costes de flocculantes y aluyentes, etc.), así como enfrentarse con las dificultades mayores de funcionamiento. El estudio experimental se centró en los otros dos diagramas. El de flotación previa se estudió hasta la fase de solubilización de uranio y cobre y el de lixiviación del mineral todo uno se estudió completo en el laboratorio y en escala de planta piloto con marcha continua.



CAPITULO V

**ESTUDIO  
DE LA  
FLOTACION  
PREVIA  
DEL  
MINERAL  
Y DE LA  
LIXIVIACION  
DE SUS  
PRODUCTOS**

## 5. ESTUDIO DE LA FLOTACION PREVIA DEL MINERAL Y DE LA LIXIVIACION DE SUS PRODUCTOS.

El circuito se ha indicado en la figura 19,b. El estudio comprendió pruebas de molienda, de flotación, de lixiviación de la fracción estéril y de tostación-lixiviación de los concentrados de cobre. No se abordaron en este diagrama las etapas de recuperación de uranio y de cobre de los líquidos.

### 5.1. Ensayos previos de flotación.

En ellos se pretendía establecer las variables e intervalos de magnitud a que había que estudiarlas con el fin de lograr :

- una buena recuperación de cobre,
- con ley alta en el concentrado, y
- pequeñas pérdidas de uranio

Los ensayos se hicieron siguiendo planteos clásicos. El estudio se completó con un estudio factorial a escala de laboratorio (5.2.) y una prueba continua (5.3.) a escala de planta piloto.

#### 5.1.1. Variables.

Los ensayos se hicieron siguiendo la técnica indicada antes 3.2.6. Normalmente se trabajó a temperatura ambiente, con pulpa al 25 % en sólidos, y con mineral molido a menos de 100- $\mu$ . En casi todos los ensayos se hizo un acondicionamiento previo a la flotación. Durante la flotación se reponía el agua que salía con el concentrado. La mayoría del trabajo se hizo con colectores de tipo xantato. A continuación se indican las variables y niveles ensayados. Hay que hacer la salvedad de que aunque estos se expresan de forma parecida a los ensayos factoriales, el planteo fue completamente clásico, es decir que únicamente se varió un nivel de la variable en estudio y las demás permanecieron fijas. Y salvado este hecho se indican ahora los factores en cuestión :

|                                  |                     |
|----------------------------------|---------------------|
| Tiempo de molienda, min          | 0, 5, 10, 15 y 20   |
| pH de la pulpa                   | 3,7, 5, 7, 9 y 10,5 |
| Tiempo de acondicionamiento, min | 5, 10, 15 y 20      |
| Tiempo de flotación, min         | 2,5, 7,5, 15 y 25   |
| Concentración en sólidos, %      | 21, 29, 35 y 40     |

|   |   |
|---|---|
| Intensidad de agitación, rpm x 10 <sup>-3</sup> | 1,5, 1,8, 2,2 y 2,4                                   |
| Temperatura, °C                                 | 12, 18, 25 y 30                                       |
| Dosis de colector, g/t                          | 60, 120 y 180   |
| Tipo de colector                                | EXNa, BK, Aerofloat-25                                |
| Asociación del colector                         | Puros, EXNa + BK (1:1)                                |
| Dispersantes                                    | Ninguno, Pirofosfato sódico, Metso, Cola y Almidón.   |
| Agotamiento de estériles,                       | Sin sulfuración, con sulfuración y con ácidos grasos. |
| Relavado de concentrados                        |   |

### 5.1.2. Resultados.

Se indican en las figuras 20 á 23 y en la tabla 3. Como comentario se podría agregar :

a) En casi todas las pruebas la cantidad de uranio presente en el concentrado era proporcional al peso de producto. Parecía que la mayoría del uranio era arrastrado. Las líneas de selectividad, figura 23, muestran que ésta era cero para el uranio.

b) La recuperación de cobre con mineral grueso fué del 35,6 %. La recuperación óptima se logró con una molienda a aproximadamente 150- $\mu$ . Hay que señalar también que la mayoría de las pérdidas de cobre estaban en la fracción fina (-270- $\mu$ ).

c) El pH óptimo estuvo comprendido entre 7 y 8. A pH bajo (3,7) se disolvía el 16 % del cobre.

d) El tiempo de acondicionamiento no mejoró la recuperación de cobre y aumentó el arrastre de uranio y ganga.

e) La velocidad de flotación fué relativamente pequeña. El tiempo necesario fué de unos 20 min. Las líneas de selectividad mostraron que este tiempo se podría descomponer en 8 min para desbaste y 12 para agotamiento.

f) La recuperación de cobre tuvo un máximo en el 28 % de sólidos. Pero se tuvo también un gran arrastre de uranio (32 %) y sólidos (35 %). La concentración de compromiso podría ser la del 25 % de sólidos en la pulpa.

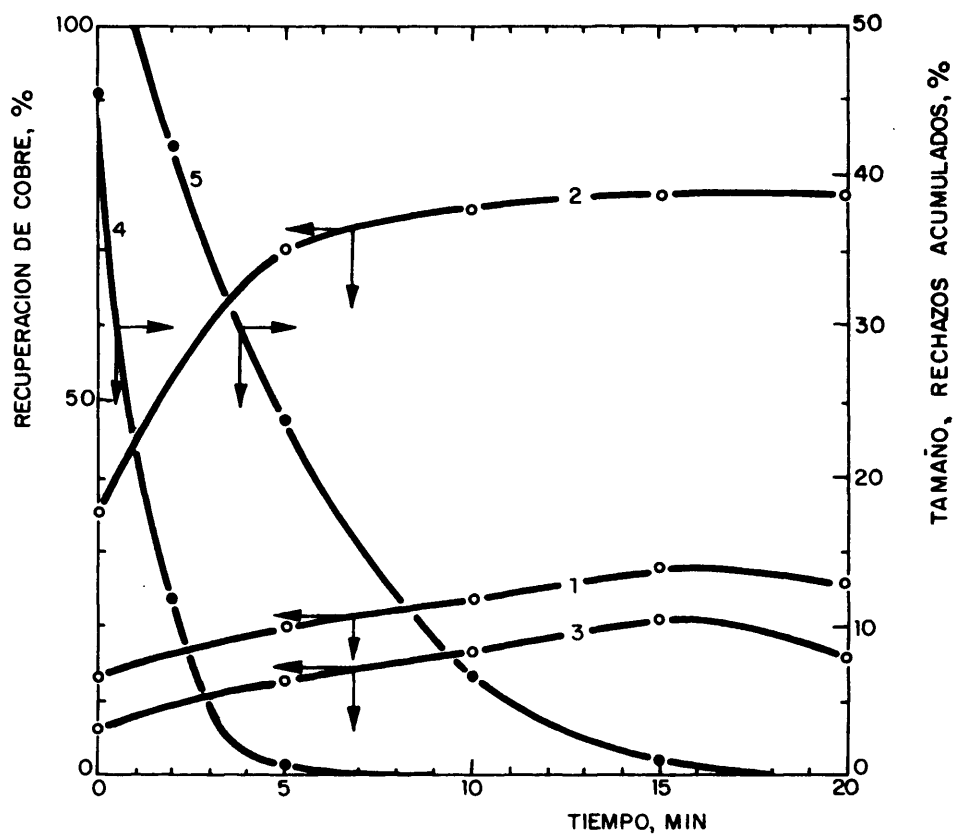


FIG.20.-INFLUENCIA DE LA MOLIENDA.

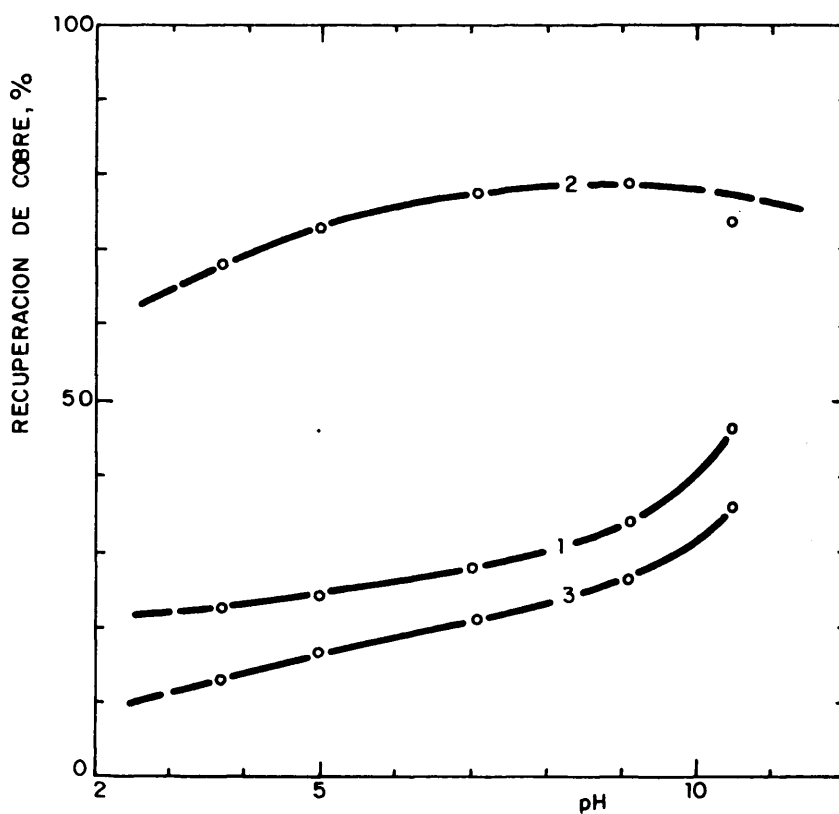


FIG.21.-INFLUENCIA DEL pH DE LA PULPA

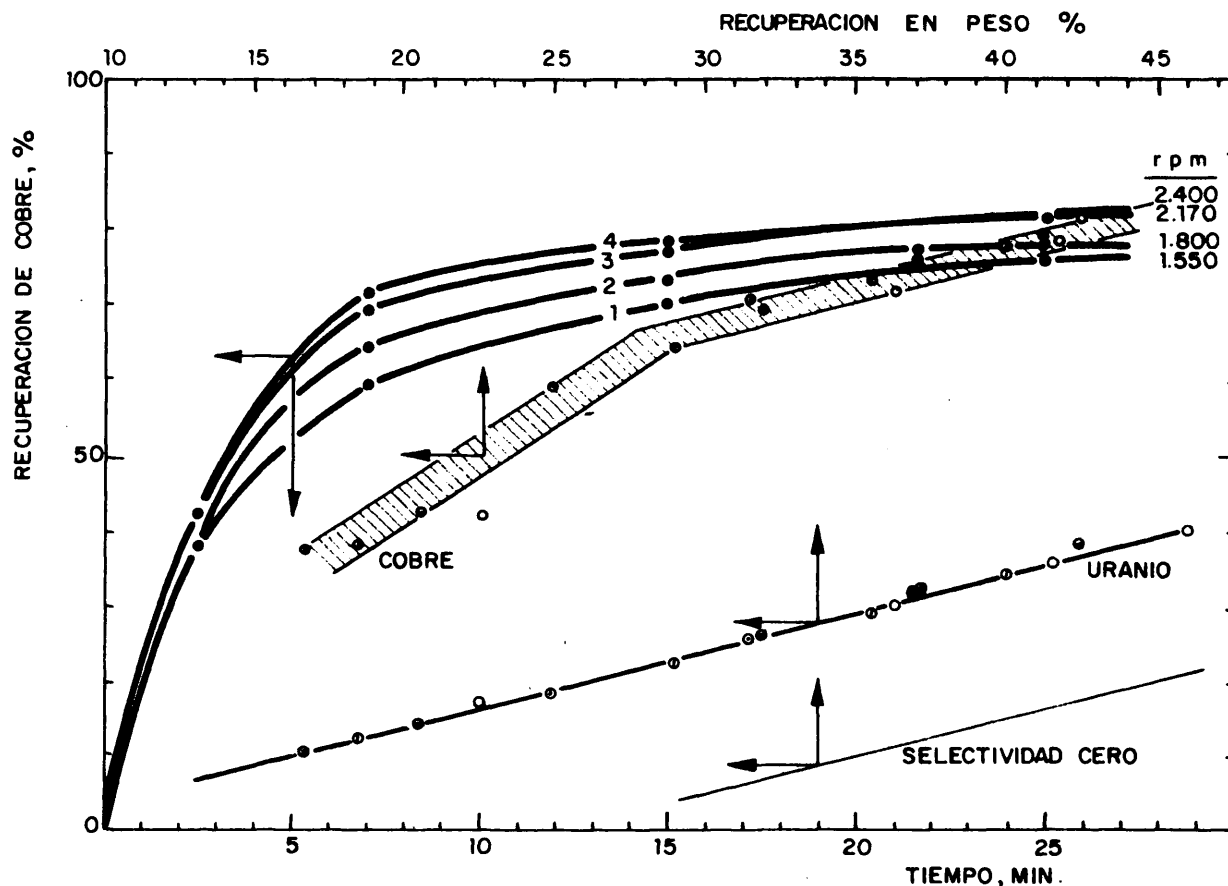


FIG.22.-INFLUENCIA DE LA VELOCIDAD DE ROTACION.

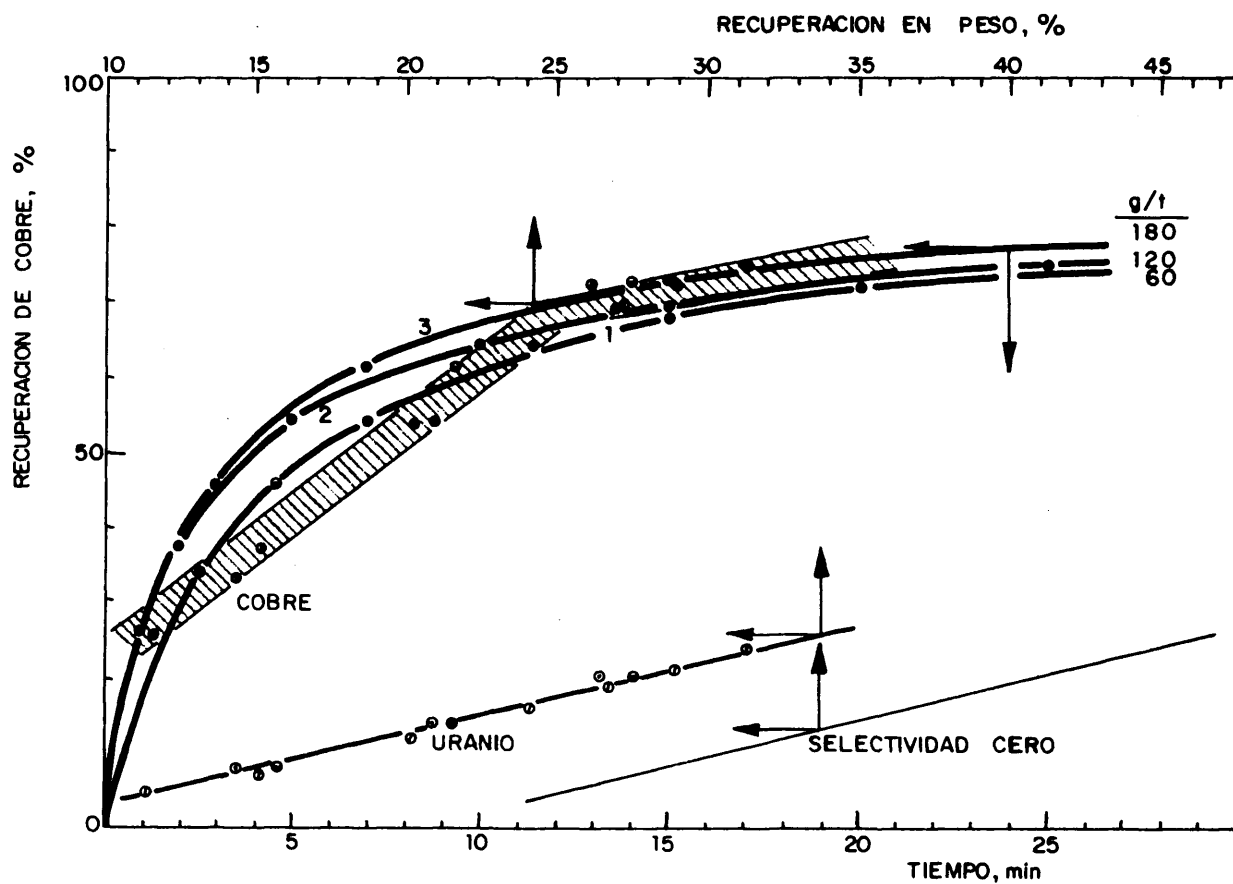


FIG.23.-INFLUENCIA DE LA DOSIS DE COLECTOR (R-301).

Tabla 3. Resultados de flotación en ensayos clásicos.

| Variable                            | Nivel | Recuperación en concentrado, %    |        |       |
|-------------------------------------|-------|-----------------------------------|--------|-------|
|                                     |       | Peso                              | Uránio | Cobre |
| Tiempo de acondicionamiento, min    | 5     | 23,2                              | 15,5   | 72,4  |
|                                     | 10    | 25,0                              | 17,1   | 73,4  |
|                                     | 15    | 25,4                              | 18,6   | 74,9  |
|                                     | 20    | 29,9                              | 22,9   | 73,1  |
| Pulpa, concentración en sólidos, %  | 21,5  | 27,3                              | 23,3   | 70,0  |
|                                     | 28,0  | 34,8                              | 32,5   | 72,1  |
|                                     | 35,0  | 43,5                              | 39,3   | 69,3  |
|                                     | 40,0  | 49,4                              | 51,4   | 70,3  |
| Agitación rpm                       | 1575  | 31,4                              | 26,0   | 70,9  |
|                                     | 1800  | 35,3                              | 29,2   | 73,4  |
|                                     | 2170  | 37,1                              | 32,2   | 77,3  |
|                                     | 2400  | 41,4                              | 35,4   | 78,1  |
| Temperatura °C                      | 12    | 38,1                              | 35,2   | 74,7  |
|                                     | 18    | 30,4                              | 23,1   | 72,2  |
|                                     | 25    | 24,9                              | 21,6   | 71,6  |
|                                     | 30    | 25,2                              | 17,5   | 72,3  |
| Colector y dosis, g/t               |       |                                   |        |       |
| BXK                                 | 60    | 28,3                              | 23,1   | 75,1  |
|                                     | 120   | 23,9                              | 16,9   | 76,8  |
| EXNa                                | 60    | 31,5                              | 25,0   | 74,4  |
|                                     | 120   | 23,8                              | 17,9   | 72,7  |
|                                     | 180   | 34,8                              | 29,9   | 87,6  |
| BXK/EXNa                            | 60/60 | 31,9                              | 26,5   | 79,7  |
| Aerofloat-25                        | 333   | 25,2                              | 19,3   | 70,4  |
| Dispersante y dosis, g/t            |       |                                   |        |       |
| Ninguno                             | -     | 30,0                              | 23,7   | 77,7  |
| Pirofosfato sódico                  | 500   | 23,9                              | 16,9   | 76,8  |
|                                     | 1000  | 32,8                              | 27,1   | 77,0  |
| Metac                               | 750   | 32,8                              | 25,8   | 80,0  |
| Cola animal                         | 50    | 31,3                              | 24,9   | 74,2  |
|                                     | 200   | 34,0                              | 27,4   | 75,3  |
| Almidón                             | 20    | 37,5                              | 31,2   | 78,4  |
|                                     | 100   | 40,6                              | 32,6   | 79,3  |
| Agotamiento, reactivo y dosis, g/t  |       | (valores acumulados con desbaste) |        |       |
| BXK (simple)                        | 120   | 28,6                              | 23,6   | 73,4  |
|                                     | 1000  | 47,0                              | 41,4   | 89,7  |
| Na <sub>2</sub> S + R-301           | 2000  | 38,3                              | 36,2   | 87,5  |
|                                     | 3000  | 33,6                              | 31,0   | 85,3  |
| R-708 (simple)                      | 330   | 54,7                              | 50,0   | 91,6  |
|                                     | 415   | 32,3                              | 26,8   | 80,9  |
| R-708 + (Na <sub>2</sub> S 300 g/t) | 165   | 52,6                              | 50,9   | 91,6  |
| Acido oleico                        | 1800  | 44,4                              | 42,6   | 86,9  |

g) La recuperación de cobre aumentó con la velocidad de agitación. Como valor óptimo se podría admitir uno próximo a 2.170 rpm.

h) La temperatura tuvo poca influencia sobre la recuperación de cobre (72-75 %) pero las pérdidas de uranio se redujeron mucho (del 35 al 17 %) al elevar la temperatura de 12 á 30 °C.

i) Los reactivos del tipo xantatos dieron mejores resultados que los derivados fosforados. Por lo que respecta a recuperación y selectividad el mejor fué el butilxantato. El etilxantato sódico también fué bastante bien y además era más barato.

j) El empleo de agentes dispersantes dió en algunos casos ligera mejora en la recuperación de cobre, pero no se logró disminuir la pérdida de uranio que estuvo comprendida entre el 24 y 33 %.

k) En el agotamiento de los estériles por tratamiento con sulfuración previa o con ácidos grasos se produjo una elevación en la recuperación de cobre pero acompañada de un aumento en el peso del concentrado y en el uranio contenido que llegó a representar hasta el 50 % de la alimentación.

l) En el relavado del concentrado se logró reducir las pérdidas de uranio al 8-10 % y la recuperación en peso al 16-19 %, obteniendo concentrados de cobre de ley alta, 24-29 % Cu, pero la recuperación de cobre descendió al 66-70 %.

m) En conclusión se puede decir que la separación del cobre y uranio no se logró. Se podría esperar una recuperación de cobre del 75 por ciento con unas pérdidas de uranio del 25 %. Como colectores eran adecuados los xantatos. El mineral debía estar finamente molido y en pulpa con el 25 % en sólidos. El pH de la pulpa debía ser aproximadamente neutro. El tiempo de flotación interesaba del orden de 20 min.

## 5.2. Estudio factorial de la flotación.

En él se consideró solamente la recuperación de cobre con el fin de comparar con los resultados obtenidos en el planteo clásico.

### 5.2.1. Variables.

Como condiciones fijas se tuvieron :

- la temperatura (25 °C),
- la concentración de sólidos en la pulpa (21,5 %), y
- el tiempo de acondicionamiento (5 min)

Las variables y niveles ensayados fueron :

|  |     |   |      |
|--|-----|---|------|
| A, tiempo de molienda, min                     | 8   | y | 15   |
| B, pH  | 8,0 | y | 10,5 |
| C, dosis de colector (A-301), g/t              | 80  | y | 120  |
| D, dosis de espumante (A-77), g/m <sup>3</sup> | 50  | y | 100  |
| E, tiempo de flotación, min                    | 8   | y | 25   |

### 5.2.2. Resultados.

Se indican en la tabla 4. El análisis de la varianza para la ley y recuperación de cobre se recoge en la tabla 5. Como comentario se podría agregar :

a) Recuperación en peso. Fue demasiado alta, estuvo comprendida entre el 23 y el 54 %. La operación fue poco selectiva. A pesar de tratarse de una fase de desbaste.

b) Recuperación de cobre. Estuvo comprendida entre el 63 y el 86 %. Sobre ella tuvieron influencia, estadísticamente significativa :

- la variación en el pH (efecto + 10,6 unidades),
- la variación en la dosis de colector (efecto + 4,0 unidades), y
- la prolongación del tiempo de flotación (efecto + 7,1 unidades)

También fue significativa con efecto negativo (-4,0 unidades) la interacción de la modificación de pH y dosis de colector. No ejercieron influencia, ni el tiempo de molienda, ni la dosis de espumante. El planteo fue poco sensible pues su desviación típica fue alta (4,78 unidades, coeficiente de variación, CV = 6,3 %).

De acuerdo con el análisis de la varianza, el tratamiento más adecuado comprendería los niveles inferiores de las variables,

- tiempo de molienda (8 min), y
- dosis de espumante (50 mg/l)

Por el contrario se tomarían los niveles superiores para los factores : pH (10,5), dosis de colector (120 g/t) y tiempo (25 min).



Tabla 4. Flotación del mineral todo uno según planteamiento factorial.

| Condiciones          |         |                      |                        |                    | Resultados, %  |              |       |           |                     |
|----------------------|---------|----------------------|------------------------|--------------------|----------------|--------------|-------|-----------|---------------------|
| A<br>molienda<br>min | B<br>pH | C<br>colector<br>g/t | D<br>espumante<br>mg/l | E<br>tiempo<br>min | Experimentales |              |       | Probables |                     |
|                      |         |                      |                        |                    | Ley<br>Cu      | Recuperación |       | Ley<br>Cu | Recuperación,<br>Cu |
|                      |         |                      |                        |                    |                | Peso         | Cobre |           |                     |
| 8                    | 8,0     | 60                   | 50                     | 8                  | 19,6           | 24,1         | 67,4  | 19,1      | 62,8                |
|                      |         |                      |                        | 25                 | 18,0           | 26,4         | 67,8  | 19,1      | 69,9                |
|                      |         |                      | 100                    | 8                  | 16,9           | 23,4         | 53,0  | 16,5      | 62,8                |
|                      |         |                      |                        | 25                 | 17,7           | 29,8         | 75,1  | 16,5      | 69,9                |
|                      |         | 120                  | 50                     | 8                  | 19,9           | 23,9         | 68,0  | 20,2      | 70,9                |
|                      |         |                      |                        | 25                 | 19,5           | 27,4         | 76,0  | 20,2      | 76,0                |
|                      |         |                      | 100                    | 8                  | 17,7           | 25,7         | 67,4  | 17,7      | 62,8                |
|                      |         |                      |                        | 25                 | 18,0           | 31,8         | 81,0  | 17,7      | 76,0                |
|                      | 10,5    | 60                   | 50                     | 8                  | 14,2           | 37,2         | 73,3  | 15,1      | 77,5                |
|                      |         |                      |                        | 25                 | 14,2           | 41,5         | 84,0  | 15,1      | 84,5                |
|                      |         |                      | 100                    | 8                  | 12,9           | 41,2         | 73,6  | 12,5      | 77,5                |
|                      |         |                      |                        | 25                 | 13,8           | 42,8         | 84,2  | 12,5      | 84,5                |
|                      |         | 120                  | 50                     | 8                  | 16,8           | 30,2         | 72,2  | 16,3      | 77,5                |
|                      |         |                      |                        | 25                 | 18,1           | 31,4         | 81,0  | 16,3      | 80,5                |
|                      |         |                      | 100                    | 8                  | 14,5           | 36,0         | 73,3  | 13,7      | 77,5                |
|                      |         |                      |                        | 25                 | 12,1           | 50,5         | 87,2  | 13,7      | 80,5                |
| 15                   | 8,0     | 60                   | 50                     | 8                  | 17,2           | 25,8         | 63,2  | 17,2      | 62,8                |
|                      |         |                      |                        | 25                 | 20,1           | 24,1         | 69,0  | 17,2      | 69,9                |
|                      |         |                      | 100                    | 8                  | 13,6           | 36,6         | 70,7  | 14,6      | 62,8                |
|                      |         |                      |                        | 25                 | 14,7           | 30,9         | 64,9  | 14,6      | 69,9                |
|                      |         | 120                  | 50                     | 8                  | 17,0           | 31,2         | 73,9  | 16,4      | 70,9                |
|                      |         |                      |                        | 25                 | 19,3           | 27,9         | 76,8  | 16,4      | 76,0                |
|                      |         |                      | 100                    | 8                  | 14,3           | 34,0         | 69,3  | 15,8      | 62,8                |
|                      |         |                      |                        | 25                 | 15,9           | 35,7         | 80,9  | 15,8      | 76,0                |
|                      | 10,5    | 60                   | 50                     | 8                  | 11,5           | 48,7         | 78,8  | 13,2      | 77,5                |
|                      |         |                      |                        | 25                 | 12,0           | 50,5         | 86,4  | 13,2      | 84,5                |
|                      |         |                      | 100                    | 8                  | 11,1           | 49,1         | 77,9  | 10,7      | 77,5                |
|                      |         |                      |                        | 25                 | 11,0           | 54,0         | 84,8  | 10,7      | 84,5                |
|                      |         | 120                  | 50                     | 8                  | 16,7           | 33,9         | 80,8  | 14,5      | 77,5                |
|                      |         |                      |                        | 25                 | 13,3           | 44,6         | 84,5  | 14,5      | 80,5                |
|                      |         |                      | 100                    | 8                  | 11,0           | 52,7         | 82,6  | 11,8      | 77,5                |
|                      |         |                      |                        | 25                 | 13,1           | 45,8         | 85,8  | 11,8      | 80,5                |

Tabla 5. Análisis de la varianza de la flotación del todo uno.

| Causa de la<br>variación | Grados de<br>libertad | Cuadrados medios (*) |                    |
|--------------------------|-----------------------|----------------------|--------------------|
|                          |                       | Ley Cu, %            | Recuperación Cu, % |
| Efectos principales      |                       |                      |                    |
| A                        | 1                     | 2,794 (1)            | 5,888 (1)          |
| B                        | 1                     | 1,282 (2)            | 9,074 (2)          |
| C                        | 1                     | 1,140 (1)            | 1,320 (2)          |
| D                        | 1                     | 5,330 (1)            | 1,531 (0)          |
| E                        | 1                     | 2,050 (0)            | 4,090 (2)          |
| Interacciones            |                       |                      |                    |
| AB                       | 1                     | 3,403 (-1)           | 4,651 (0)          |
| AC                       | 1                     | 1,378 (-1)           | 5,780 (0)          |
| AD                       | 1                     | 8,778 (-1)           | 1,620 (0)          |
| AE                       | 1                     | 1,853 (0)            | 7,750 (1)          |
| BC                       | 1                     | 3,990 (0)            | 1,256 (2)          |
| BD                       | 1                     | 1,183 (0)            | 3,511 (0)          |
| BE                       | 1                     | 2,940 (0)            | 4,500 (-2)         |
| CD                       | 1                     | 1,403 (0)            | 1,300 (1)          |
| CE                       | 1                     | 8,778 (-1)           | 1,901 (0)          |
| DE                       | 1                     | 3,003 (-1)           | 2,886 (1)          |
| ABC                      | 1                     | 1,015 (0)            | 8,000 (-2)         |
| ABD                      | 1                     | 3,990 (0)            | 6,480 (0)          |
| ABE                      | 1                     | 2,940 (0)            | 5,611 (0)          |
| ACD                      | 1                     | 8,778 (-1)           | 1,275 (1)          |
| ACE                      | 1                     | 3,125 (-4)           | 2,480 (-1)         |
| ADE                      | 1                     | 3,125 (-4)           | 3,200 (1)          |
| BCD                      | 1                     | 6,938 (0)            | 2,645 (0)          |
| BCE                      | 1                     | 2,278 (-1)           | 7,411 (0)          |
| BDE                      | 1                     | 9,031 (-2)           | 1,830 (1)          |
| CDE                      | 1                     | 7,812 (-3)           | 2,000 (0)          |
| Residual                 | 6                     | 2,689 (0)            | 2,289 (1)          |

Significación positiva en el nivel indicado

|    |       |      |
|----|-------|------|
| A  | 0,025 | -    |
| B  | 0,01  | 0,01 |
| C  | 0,10  | 0,10 |
| D  | 0,01  | -    |
| E  | -     | 0,01 |
| BC | -     | 0,10 |

Valor del efecto

|       |       |       |
|-------|-------|-------|
| A     | -1,87 | -     |
| B     | -3,96 | 10,6  |
| C     | 1,19  | 4,0   |
| D     | -2,58 | -     |
| E     | -     | 7,1   |
| BC    | -     | -4,0  |
| Total | 30,95 | 151,4 |

(\*) El número entre paréntesis indica la potencia de 10 por la que hay que multiplicar el primer factor del cuadrado medio.

En la tabla 4 se indican las recuperaciones probables calculadas a partir de los efectos significativos. En algunos tratamientos las cifras son relativamente diferentes de las experimentales, esto sin embargo está dentro del error previsto para este planteo y se puede deber, también, a que algunos de los efectos despreciados tuviesen significado real, aunque estadísticamente no se hayan mostrado.

La recuperación mejor (84,5 %) se lograría trabajando con 8 min de molienda, pH 10,5, 60 g/t de colector, 90 g/m<sup>3</sup> de espumante y 25 min de flotación. Debido a la interacción pH-colector interesa trabajar con dosis bajas de este último si se elige el nivel superior de pH.

c) Ley del concentrado. Estuvo comprendida entre el 11 y el 20 % Cu. Sobre ella no tuvo influencia, estadísticamente significativa, la prolongación del tiempo de flotación ni ninguna interacción. Hubo tres variables que originaron una reducción en la ley del concentrado al pasar al nivel superior; sus efectos fueron :

- 1,87 unidades para la prolongación de la molienda,
- 3,96 unidades para el incremento en el pH de flotación, y
- 2,98 unidades para el empleo de dosis altas de espumante

Fue favorable el empleo de dosis altas de colector (efecto + 1,19 unidades).

De acuerdo con el análisis de la varianza, el tratamiento más adecuado comprendería los niveles inferiores de las variables : tiempo de molienda (8 min), pH (8,0) y dosis de espumante (90 g/m<sup>3</sup>); y el nivel superior de la dosis de colector (120 g/t). El nivel para el tiempo de flotación fue indiferente.

En la tabla 4 se indican las leyes probables, calculadas a partir de los efectos significativos. En este caso hubo mayor concordancia entre los resultados probables y los experimentales; hay que señalar, sin embargo, que la desviación típica siguió siendo alta (1,64 unidades ó 10,6 % de coeficiente de variación). La mejor ley probable (20,2 % Cu) correspondería al tratamiento óptimo deducido del análisis de la varianza.

d) Resumen. Atendiendo a la consideración conjunta de la recuperación de cobre y ley de concentrado, y teniendo en cuenta que se trata de una operación de debaste se podrían retener como condiciones óptimas los que dan

En la tabla 4 se indican las recuperaciones probables calculadas a partir de los efectos significativos. En algunos tratamientos las cifras son relativamente diferentes de las experimentales, esto sin embargo está dentro del error previsto para este planteo y se puede deber, también, a que algunos de los efectos despreciados tuviesen significado real, aunque estadísticamente no se hayan mostrado.

La recuperación mejor (84,5 %) se lograría trabajando con 8 min de molienda, pH 10,5, 60 g/t de colector, 50 g/m<sup>3</sup> de espumante y 25 min de flotación. Debido a la interacción pH-colector interesa trabajar con dosis bajas de este último si se elige el nivel superior de pH.

c) Ley del concentrado. Estuvo comprendida entre el 11 y el 20 % Cu. Sobre ella no tuvo influencia, estadísticamente significativa, la prolongación del tiempo de flotación ni ninguna interacción. Hubo tres variables que originaron una reducción en la ley del concentrado al pasar al nivel superior; sus efectos fueron :

- 1,87 unidades para la prolongación de la molienda,
- 3,96 unidades para el incremento en el pH de flotación, y
- 2,58 unidades para el empleo de dosis altas de espumante

Fué favorable al empleo de dosis altas de colector (efecto + 1,19 unidades).

De acuerdo con el análisis de la varianza, el tratamiento más adecuado comprendería los niveles inferiores de las variables : tiempo de molienda (8 min), pH (8,0) y dosis de espumante (50 g/m<sup>3</sup>); y el nivel superior de la dosis de colector (120 g/t). El nivel para el tiempo de flotación fue indiferente.

En la tabla 4 se indican las leyes probables, calculadas a partir de los efectos significativos. En este caso hubo mayor concordancia entre los resultados probables y los experimentales; hay que señalar, sin embargo, que la desviación típica siguió siendo alta (1,64 unidades ó 10,6 % de coeficiente de variación). La mejor ley probable (20,2 % Cu) correspondería al tratamiento óptimo deducido del análisis de la varianza.

d) Resumen. Atendiendo a la consideración conjunta de la recuperación de cobre y ley de concentrado, y teniendo en cuenta que se trata de una operación de desbaste se podrían retener como condiciones óptimas los que dan

la máxima recuperación, es decir :

- molienda, 8 min
- pH, 10,5
- colector, 60 g/t
- espumante, 50 g/m<sup>3</sup>, y
- tiempo de flotación, 25 min

Los resultados probables para este tratamiento serían :

|                           |      |
|---------------------------|------|
| Ley del concentrado, % Cu | 14,2 |
| Recuperación de cobre, %  | 84,5 |
| Recuperación en peso, %   | 41,8 |

### 5.2.3. Comparación de los dos planteos.

La comparación entre el planteo clásico y el factorial únicamente se podrá limitar a las cinco variables consideradas en este último, es decir, tiempo de molienda, pH de la pulpa, dosis de colector, dosis de espumante y tiempo de flotación.

Las recuperaciones de cobre logradas en ambos planteos fueron parecidas. Según el planteo clásico la recuperación aumentaba con la molienda hasta llegar a unos 10 min en que se mantenía constante; el planteo factorial mostró que entre 8 y 15 min no ejercía influencia la molienda. La acción del pH, según el planteo clásico, parecía tener poca influencia aunque los valores más altos se lograban con pulpas neutras, por el contrario, el planteo factorial indicó que eran mejores los medios ligeramente alcalinos.

La respuesta respecto a la dosis de colector fué concordante en ambos planteos, pero además el factorial señaló la interacción del pH con la variación de la dosis de colector y según la cual a valores de pH bajos interesarían dosis altas de colector y para valores altos de pH dosis pequeñas. También fueron concordantes los dos planteos en lo que se refiere a tiempo de flotación, pues indicaba que la operación era lenta y requería tiempos relativamente largos (20 - 25 min).

### 5.3. Ensayo continuo de flotación.

Se realizó en la instalación indicada antes. El circuito empleado tenía cuatro caldas de desbaste, dos de refinó y seis de agotamiento, el concentrado de agotamiento se reciclaba al desbaste. El mineral tuvo una ley

de 0,089 %  $U_3O_8$  y del 6,45 % Cu. Estaba molido a # 48-m. La pulpa utilizada tenía el 20 % en sólidos y pH 7-8, se trabajó a la temperatura ambiente. Como colector se utilizó etilxantato sódico (200 g/t) y como espumante aceite de pino (100 g/t). La retención entre desbaste y agotamiento fué de 20 min.

En la operación se logró un concentrado que representaba el 12,1 % en peso, el 9,7 % del uranio y el 70,5 % del cobre. Sus leyes fueron de 0,071 %  $U_3O_8$  y 37,5 % Cu. El estéril quedó con leyes de 0,091 %  $U_3O_8$  y de 2,16 % Cu.

Comparado con los ensayos discontinuos no se utilizaron las condiciones óptimas, que habrían sido con pH más alto y dosis de colector más baja. Los resultados fueron mejores que los de laboratorio por lo que respecta a ley del concentrado y selectividad. La obtención de un producto de ley elevada en el refinó (37,5 %) parece que se logró a costa del sacrificio de 8 unidades de recuperación. Posiblemente se hubiese podido llegar a una solución de compromiso obteniendo un concentrado menos rico y una recuperación más alta. No obstante, a la vista de los ensayos de laboratorio, con recuperaciones relativamente bajas y estériles altos, no pareció oportuno realizar más trabajo experimental en esta línea.

Esta operación permitió obtener productos en cantidad suficiente para realizar el estudio previo de la lixiviación del uranio y cobre de los productos resultantes de la flotación. Las respuestas obtenidas en dicho estudio indicaría la conveniencia o no de realizar más esfuerzo experimental para la flotación. La lixiviación de los productos se consideró desde dos puntos de vista, uno de los productos separados y otro de la mezcla de los estériles de flotación y de los concentrados tostados.

#### 5.4. Lixiviación de los estériles de flotación.

Este producto representaba el 90,3 % del uranio y el 29,5 % del cobre. La solubilización de los dos elementos se estudió según un planteo sencillo considerando los dos factores que más suelen influir en la lixiviación, es decir, la dosis de ácido y el tiempo, sus niveles se fijaron dentro de un intervalo práctico, quedando como :

|                              |      |     |   |     |
|------------------------------|------|-----|---|-----|
| A, dosis de ácido sulfúrico, | kg/t | 100 | y | 125 |
| B, tiempo de ataque,         | h    | 12  | y | 24  |

Como condiciones fijas se tuvieron, el tamaño del mineral, el original con los gránulos desmenuzados hasta que pasaron por 48-m, la concentración en sólidos de la pulpa 50 %, y la temperatura, 45 °C. Los ensayos se realizaron por duplicado.

La solubilización de uranio estuvo comprendida (tabla 6) entre el 78,7 y el 87,4 % con leyes de residuos comprendidas entre 210 y 125 g  $U_3O_8$ /t. El análisis de la varianza realizado para la pérdida de uranio en los residuos mostró, tabla 7, que el aumento de la dosis de ácido tenía una fuerte influencia. Su efecto fue disminuir en 62 g  $U_3O_8$ /t las pérdidas de uranio. El tiempo no tuvo influencia. La pérdida de peso en el ataque estuvo comprendida entre el 7 y el 8 %.

El valor probable de pérdidas de uranio sería de 121 g  $U_3O_8$ /t para 125 kg  $H_2SO_4$ /t y de 183 g  $U_3O_8$ /t para 100 kg  $H_2SO_4$ /t. Las recuperaciones equivalentes serían del 86,8 % y 80 %, respectivamente.

La solubilización de cobre estuvo comprendida entre el 55 y el 78 %. Según el análisis de la varianza, tabla 5, su magnitud solo dependió de la dosis de ácido (efecto + 5,92 unidades). Los valores probables para 100 y 125 kg  $H_2SO_4$ /t serían 62,6 % y 68,4 %, respectivamente.

Como resumen se puede decir que las mejores condiciones de ataque serían :

|                          |     |
|--------------------------|-----|
| - dosis de ácido, kg/t   | 125 |
| - tiempo de agitación, h | 12  |

y los resultados a esperar :

|                              |      |
|------------------------------|------|
| - pérdida de peso, %         | 8,1  |
| - solubilización de cobre, % | 68,4 |
| - extracción de uranio, %    | 86,8 |

### 5.5. Tostación y ataque de los concentrados.

Los concentrados representaban el 9,7 % del uranio, el 70,5 % del cobre y el 12,1 % del peso del mineral original. El cobre contenido en el mismo debía estar en forma de sulfuros pues en la flotación se habían empleado los colectores específicos de estos. Si se quería pasar al cobre a solución convenía tostar previamente el mineral. Esto se realizó por operación en mu

Tabla 6. Resultados de la lixiviación de los productos de flotación del mineral todo uno.

| Variables                                   |        |     | Líquido, g/l |                               | Residuos  |                                   |       |                | Solubilización, % |       |
|---|--------|-----|--------------|-------------------------------|-----------|-----------------------------------|-------|----------------|-------------------|-------|
| A   | B      | C   | Cu<br>(%)    | U <sub>3</sub> O <sub>8</sub> | Peso<br>% | U <sub>3</sub> O <sub>8</sub> g/t |       | Ley<br>Cu<br>% | Uranio            | Cobre |
| dosis<br>ácido<br>kg/t                      | tiempo | (*) |              |                               |           | Ley                               | Perd. |                |                   |       |
| Estériles de flotación                      |        |     |              |                               |           |                                   |       |                |                   |       |
| 100   | 12     | 1   | 13,3         | 0,73                          | 92,7      | 190                               | 176   | 1,01           | 80,6              | 86,6  |
|   |        | 2   | 13,6         | 0,72                          | 92,7      | 210                               | 195   | 0,83           | 78,7              | 64,1  |
|   | 24     | 1   | 13,4         | 0,76                          | 92,7      | 180                               | 167   | 0,85           | 81,6              | 63,4  |
|   |        | 2   | 14,0         | 0,72                          | 92,7      | 210                               | 195   | 0,80           | 78,7              | 65,6  |
| 125   | 12     | 1   | 14,1         | 0,81                          | 92,2      | 125                               | 115   | 0,86           | 87,4              | 63,4  |
|   |        | 2   | 14,9         | 0,81                          | 92,2      | 125                               | 115   | 0,71           | 87,4              | 69,8  |
|   | 24     | 1   | 14,8         | 0,80                          | 91,7      | 125                               | 115   | 0,78           | 87,4              | 66,8  |
|   |        | 2   | 15,8         | 0,78                          | 91,7      | 180                               | 138   | 0,62           | 88,0              | 73,4  |
| Concentrados de flotación                   |        |     |              |                               |           |                                   |       |                |                   |       |
| 0   | 12     | 450 | (180)        | 0,22                          | 43,8      | 725                               | 315   | 23,0           | 42,2              | 66,0  |
|   |        | 600 | (185)        | 0,22                          | 47,4      | 670                               | 317   | 22,0           | 42,6              | 63,1  |
|   | 24     | 450 | (190)        | 0,25                          | 46,5      | 580                               | 270   | 21,7           | 50,8              | 64,7  |
|   |        | 600 | (180)        | 0,36                          | 49,9      | 415                               | 207   | 22,9           | 62,6              | 60,7  |
| 100   | 12     | 450 | (260)        | 0,35                          | 28,2      | 765                               | 216   | 8,80           | 60,6              | 91,3  |
|   |        | 600 | (266)        | 0,45                          | 30,2      | 370                               | 112   | 8,75           | 79,6              | 90,9  |
|   | 24     | 450 | (266)        | 0,42                          | 29,1      | 515                               | 150   | 9,05           | 72,5              | 90,8  |
|   |        | 600 | (260)        | 0,44                          | 30,5      | 335                               | 102   | 9,60           | 81,5              | 89,9  |
| 125   | 12     | 450 | (260)        | 0,41                          | 27,5      | 545                               | 150   | 6,80           | 72,5              | 93,6  |
|   |        | 600 | (266)        | 0,43                          | 27,5      | 390                               | 107   | 7,15           | 80,4              | 93,2  |
|   | 24     | 450 | (270)        | 0,45                          | 28,7      | 315                               | 90    | 5,45           | 83,6              | 94,5  |
|   |        | 600 | (278)        | 0,49                          | 29,0      | 270                               | 78    | 4,70           | 86,8              | 95,3  |
| Mezcla de estériles y concentrados tostados |        |     |              |                               |           |                                   |       |                |                   |       |
| 100   | 12     | 450 | (48)         | 0,60                          | 86,7      | 305                               | 262   | 1,59           | 69,5              | 78,2  |
|   |        | 600 | (53)         | 0,57                          | 87,0      | 330                               | 287   | 1,28           | 66,5              | 82,1  |
|   | 24     | 450 | (49)         | 0,59                          | 86,2      | 305                               | 262   | 1,49           | 69,5              | 79,4  |
|   |        | 600 | (50)         | 0,58                          | 86,5      | 305                               | 262   | 1,38           | 69,5              | 80,9  |
| 125   | 12     | 450 | (51)         | 0,71                          | 86,5      | 175                               | 149   | 1,37           | 82,7              | 81,2  |
|   |        | 600 | (52)         | 0,60                          | 86,5      | 180                               | 154   | 1,38           | 82,0              | 81,0  |
|   | 24     | 450 | (51)         | 0,64                          | 86,5      | 155                               | 132   | 1,23           | 84,7              | 83,2  |
|   |        | 600 | (54)         | 0,66                          | 86,0      | 155                               | 133   | 1,10           | 84,6              | 84,9  |

(\*) Para estériles solos replicados, para el resto temperatura de tostación de los concentrados, °C.

(\*\*) Concentración de cobre equivalente al cobre extraído con agua y referido a una pulpa original de L/S = 1/1.



Tabla 2.- Análisis de la varianza para la lixiviación de los productos de flotación directa.

| Causa de variación (n)  | Grados de libertad | Estériles (mm)                               |                       | Concentrados                                 |                       | Mezcla                                       |                       |
|---|--------------------|--|-----------------------|--|-----------------------|--|-----------------------|
|   |                    | Pérdida U g U <sub>3</sub> O <sub>8</sub> /t | Recuperación cobre, % | Pérdida U g U <sub>3</sub> O <sub>8</sub> /t | Recuperación cobre, % | Pérdida U g U <sub>3</sub> O <sub>8</sub> /t | Recuperación cobre, % |
| Cuadras medias  |                    |  |                       |  |                       |  |                       |
| A   | 1                  | 7,81 (3)                                     | 7,02 (1)              | 3,00 (3)                                     | 2,41 (1)              | 3,18 (4)                                     | 1,17 (1)              |
| B   | 1                  | 2,45 (1)                                     | 2,92 (1)              | 3,40 (3)                                     | 2,11 (-1)             | 4,95 (2)                                     | 4,35 (1)              |
| C   | 1                  | -  | -                     | 5,35 (3)                                     | 1,51 (-1)             | 1,20 (2)                                     | 5,95 (0)              |
| AB  | 1                  | 1,28 (2)                                     | 2,11 (-1)             | 2,11 (1)                                     | 2,31 (0)              | 2,11 (1)                                     | 4,35 (0)              |
| AC  | 1                  | -  | -                     | 1,17 (3)                                     | 2,81 (-1)             | 4,51 (1)                                     | 1,90 (0)              |
| BC  | 1                  | -  | -                     | 9,45 (2)                                     | 1,01 (-1)             | 1,05 (2)                                     | 3,12 (-2)             |
| Residual  | 1 (4)              | 2,09 (2)                                     | 1,82 (1)              | 7,81 (1)                                     | 4,51 (-1)             | 5,51 (1)                                     | 2,31 (0)              |
| Significación positiva en el nivel  |                    |  |                       |  |                       |  |                       |
| A   |                    | 0,01   | 0,1                   | 0,1  | 0,1                   | 0,05   | -                     |
| B   |                    | -  | -                     | 0,1  | -                     | -  | -                     |
| C   |                    | -  | -                     | 0,1  | -                     | -  | -                     |
| Valor de los efectos significativos   |                    |  |                       |  |                       |  |                       |
| A   |                    | -6,25 (1)                                    | 5,92 (0)              | -3,87 (1)                                    | 3,47 (0)              | -1,25 (2)                                    | -                     |
| B   |                    | -  | -                     | -4,12 (1)                                    | -                     | -  | -                     |
| C   |                    | -  | -                     | -5,17 (1)                                    | -                     | -  | -                     |
| Total   |                    | 3,04 (2)                                     | 1,31 (2)              | 2,51 (2)                                     | 1,85 (2)              | 4,10 (2)                                     | 1,53 (2)              |
| (*) A, dosis de ácido, B, tiempo de ataque, C, duplicados en estériles, y temperatura de tostación en el resto. |                    |  |                       |  |                       |  |                       |
| (**) Residual con 4 grados de libertad.   |                    |  |                       |  |                       |  |                       |

(n) A, dosis de ácido, B, tiempo de ataque, C, duplicados en estériles, y temperatura de tostación en el resto.

(mm) Residual con 4 grados de libertad.

fla con atmósfera de aire y con 6 h de tiempo de tostación. En los ensayos se consideraron dos temperaturas :

450 °C      y      600 °C

que se podían considerar como compromiso entre la destrucción de los sulfuros y la insolubilización de uranio por elevación de la temperatura (49).

Los resultados de la tostación se consideran luego en conexión con la lixiviación. Sin embargo hay que señalar que durante la calcinación hubo ganacia de peso, 31 %, para la operación a 450 °C y 29,3 % para la de 600 °C. Los valores fueron semejantes para los dos casos y parecen indicar que la operación transcurrió de forma paralela.

Para la lixiviación se procedió primero a tostar el mineral y del producto tostado se tomaron fracciones por desmuestre para realizar los ensayos subsiguientes. El mineral pasaba todo por 48-m. La concentración de la pulpa fué del 50 % en sólidos y se trabajó a 45 °C. Como variables de lixiviación se consideraron las mismas que para el estudio de los estériles, así como también el empleo del agua sola. En consecuencia el planteo total comprendió :

|                                   |   |     |   |     |
|-----------------------------------|---|-----|---|-----|
| A, dosis de ácido sulfúrico, kg/t | 0 | 100 | y | 125 |
| B, tiempo de ataque, h            |   | 12  | y | 24  |
| C, temperatura de tostación, °C   |   | 450 | y | 600 |

Los resultados de lixiviación se indican en la tabla 6, mientras que en la tabla 7 se recoge el análisis de la varianza correspondiente a la pérdida de uranio en residuos y a la solubilización de cobre. De la consideración de ambas tablas se deduce :

a) Pérdida de peso en el ataque. Estuvo comprendida entre el 72 % y el 53 %. Dependió fundamentalmente de la dosis de ácido. Como era de esperar fué mucho mayor que la experiencia durante el ataque de los estériles (5.4) o del mineral original (6.3).

b) Solubilización de uranio. Estuvo comprendida entre el 42,2 % y el 85,8 %. Es de destacar que por lixiviación con agua del producto calcinado se extrajo del 42 al 63 % del uranio.

En la lixiviación con ácido, las pérdidas de uranio en los residuos

estuvieron comprendidas entre 315 y 78 g  $U_3O_8/t$  (extracción del 60,5 % al 85,8 %). Las tres variables ensayadas fueron estadísticamente significativas (nivel del 0,1). Las tres originaron una disminución de las pérdidas al pasar al nivel superior. El mayor efecto (-52 g  $U_3O_8/t$ ) se tuvo para el aumento de la temperatura de tostación de 450 á 600 °C. Le siguió la prolongación del tiempo de ataque de 12 á 24 h (-41 g  $U_3O_8/t$ ). El aumento de la dosis de ácido de 100 á 125 kg/t fué el que tuvo menor efecto (-39 g  $U_3O_8/t$ ). De acuerdo con lo anterior los mejores resultados (pérdida de 59 g  $U_3O_8/t$ ) se lograrían con la combinación de tratamiento que tuviese las tres variables al nivel superior.

c) Solubilización de cobre. Fué bastante alta, hasta el 95,3 %, aunque todavía quedaron residuos ricos, 4,7 % Cu. Con agua sola se extrajo del 60 al 65 % del cobre. En el ataque con ácido únicamente fué estadísticamente significativo al efecto de la dosis de ácido que originó un incremento de recuperación de 3,47 unidades. La extracción probable para 100 kg  $H_2SO_4/t$  sería del 90,7 %, mientras que para 125 kg  $H_2SO_4/t$  se tendría el 94,2 %, algo más bajo que al máximo obtenido experimentalmente.

Hay que señalar que durante el ataque los líquidos de lixiviación estaban saturados en cobre. En la tabla 4 se indica entre paréntesis y en la cuarta columna, la concentración que debería haber tenido la solución para la relación de líquido a sólido empleada en el ataque. En estos casos hay que considerar que parte de la lixiviación del cobre se produce durante la filtración y lavado posterior al ataque. El hecho de que aparezca mayor solubilización con dosis más altas de ácido, habría que atribuirlo a la mayor acidez residual que mantendría un medio ácido durante los lavados.

d) Resumen. Como resumen del estudio de los concentrados de flotación se puede decir que interesaría tostarlos a temperatura media y atacarlos con dosis alta de ácido y durante tiempo largo. Es decir que las condiciones de tratamiento serían :

|                             |      |     |
|-----------------------------|------|-----|
| - temperatura de tostación, | °C   | 600 |
| - dosis de ácido,           | kg/t | 125 |
| - tiempo de lixiviación,    | h    | 24  |

y los resultados a esperar :

|                             |   |      |
|-----------------------------|---|------|
| - pérdida de peso,          | % | 71,0 |
| - solubilización de cobre,  | % | 94,2 |
| - solubilización de uranio, | % | 89,3 |

#### 5.6. Lixiviación de la mezcla de estériles de flotación y de concentrados tostados.

Atacando por separado los productos de flotación se tendrían unos resultados, referidos a mineral original de :

|                             |   |      |
|-----------------------------|---|------|
| - pérdida de peso,          | % | 14,9 |
| - solubilización de cobre,  | % | 85,9 |
| - solubilización de uranio, | % | 87,0 |

y las condiciones de lixiviación serían de :

|                                       |    |       |
|---------------------------------------|----|-------|
| - temperatura de tostación,           | °C | 600   |
| - tiempo lixiviación de concentrados, | h  | 24    |
| - tiempo lixiviación estériles,       | h  | 12    |
| - dosis total de ácido, kg/t (TU)     |    | 129,6 |

Los resultados son bastante aceptables y las condiciones también. Sin embargo, el mayor inconveniente se deriva de que se tendrían dos circuitos separados, uno para estériles y otro para concentrados, con un incremento en las inversiones.

Con el fin de salvar esto se estudió la lixiviación de la mezcla obtenida a partir de los estériles de flotación y de los concentrados calcinados. Como antes se consideró la dosis de ácido (referida a mezcla), el tiempo de ataque, y la temperatura de tostación. En resumen el planteo comprendió las variables y niveles :

|                              |      |           |
|------------------------------|------|-----------|
| A, dosis de ácido,           | kg/t | 100 y 125 |
| B, tiempo de agitación,      | h    | 12 y 24   |
| C, temperatura de tostación, | °C   | 450 y 600 |

las condiciones fijas fueron las mismas que en los dos planteos anteriores.

Los resultados se indican en la tabla 6. Lo mismo que antes se realizó el análisis de la varianza para la pérdida de uranio en los residuos y para la recuperación del cobre (tabla 7). Como comentario a estas tablas cabría agregar :

a) Pérdida de peso. Estuvo comprendida entre el 13 % y el 14,5 %, referida a la alimentación de mezcla, y con mayores valores para la dosis más alta de ácido.

b) Solubilización de uranio. Estuvo comprendida entre el 66,5 % y el 84,7 %. Sobre ella únicamente tuvo influencia estadísticamente significativa ( $-126 \text{ g U}_3\text{O}_8/\text{t}$ ) el incremento de la dosis de ácido. El incremento fue mucho más pronunciado que para el ataque de los productos por separado. Esto parece que se debería a que los concentrados dejarían menor acidez residual y con dosis bajas de ácido perjudicarían la lixiviación del conjunto.

Los efectos significativos para el concentrado (tiempo y temperatura de tostación) desaparecieron aquí por la mayor masa de estériles.

De acuerdo con lo anterior interesaría atacar con  $125 \text{ kg/t}$  de ácido y durante 12 h. La pérdida probable de uranio sería de  $142 \text{ g U}_3\text{O}_8/\text{t}$ , equivalente a una recuperación del 83,4 %.

c) Solubilización de cobre. Según el análisis de la varianza no fue sensible a ninguna de las variables ensayadas. La respuesta más probable sería una extracción del 81,5 %.

d) Resumen. Como resumen del ataque conjunto se puede decir que los resultados probables serían :

|                             |   |      |
|-----------------------------|---|------|
| - pérdida de peso,          | % | 11,4 |
| - solubilización del cobre, | % | 81,5 |
| - solubilización de uranio, | % | 83,4 |

y las condiciones de tostación-lixiviación :

|                          |                    |     |
|--------------------------|--------------------|-----|
| - temperatura tostación, | $^{\circ}\text{C}$ | 450 |
| - dosis de ácido,        | $\text{kg/t (TU)}$ | 129 |
| - tiempo,                | h                  | 12  |

#### 5.7. Comparación de plantas y resumen del diagrama.

Comparando las dos variantes de ataque se ve que la operación separada supone una ventaja de 3,6 unidades en la recuperación de uranio y de 4,5 unidades en la recuperación de cobre, respecto a la lixiviación conjunta. Frente a este exigiría una complicación en el diagrama y una inversión mayor. En

una operación pequeña y con reservas limitadas de mineral, como es el caso objeto de esta investigación, no parece esté justificado el circuito separado. En consecuencia habría que considerar el diagrama de lixiviación conjunta.

El circuito completo a partir del todo uno comprendería :

a) La flotación previa en las condiciones siguientes :

|   |      |
|---|------|
| - molienda, 100 % inferior a mallas       | 48   |
| - concentración de sólidos en la pulpa, % | 20   |
| - pH                                      | 10,5 |
| - colector, etilxantato sódico, g/t       | 120  |
| - espumante, aceite de pino, g/t          | 180  |
| - tiempo, min                             | 20   |

b) Tostación, a

|                    |     |
|--------------------|-----|
| - temperatura, °C  | 450 |
| - tiempo, sufla, h | 6   |

c) Lixiviación conjunta de estériles y concentrados tostados en las condiciones :

|   |     |
|---|-----|
| - concentración de sólidos en la pulpa, % | 50  |
| - temperatura, °C                         | 45  |
| - dosis de ácido, kg/t (TU)               | 129 |
| - tiempo de agitación, h                  | 12  |

Los resultados a esperar serían :

|                            |      |
|----------------------------|------|
| - pérdida total de peso, % | 11,4 |
| - extracción de cobre, %   | 81,5 |
| - extracción de uranio, %  | 83,4 |

El uranio y el cobre existente en solución habría que recuperarlos. Las pérdidas de cobre procederían del cobre insoluble existente en los estériles de flotación y en los residuos de calcinación.

En la operación con circuitos separados los residuos de la lixiviación de los concentrados tostados se podrían reciclar a la flotación inicial.

## **CAPITULO VI**



# **ESTUDIO DEL DIAGRAMA DE LIXIVIACION DIRECTA**

## 6. ESTUDIO DEL DIAGRAMA DE LIXIVIACION DIRECTA.

En este capítulo se trata de determinar los resultados a esperer, los consumos necesarios, así como el establecimiento de las condiciones óptimas de las diferentes etapas del proceso. El estudio es más ámplio que el dedicado al diagrama de flotación directa, pues además de la disolución del uranio y de la flotación del cobre se estudia la molienda del mineral, la separación sólido líquido y la recuperación de los elementos disueltos.

### 6.1. Molienda.

La atención se ha dirigido a determinar el consumo de alcali para re-tralizar el mineral, las características de molienda del mineral, las granulometrias previsibles en su molienda, y a la comparación de diferentes tipos de molinos (bolas, barras) y formas de operación (circuito abierto, o cerrado).

#### 6.1.1. Consumo de cal.

Este mineral al repulparlo con agua da un pH ácido 4,5-4,8, disolviéndose al mismo tiempo parte del cobre (16 %), aunque no el uranio. La solución resultante es muy corrosiva y produciría graves daños al equipo de molienda. Para evitar esto interesa agregar cal al mineral hasta alcanzar un pH neutro. Los ensayos se hicieron moliendo el mineral (600 g/carga) durante 10 min en un molino de barras y midiendo el pH de la suspensión resultante, previamente se le agregaron dosis variables de cal. Los valores obtenidos (pH) para las diferentes dosis de cal fueron :

0 kg/t (4,8); 2,5 kg/t (5,4); 5 kg/t (6,7) y 10 kg/t (12,0)

Luego bastaría con una dosis de 5 kg/t de cal.

#### 6.1.2. Características de molienda.

Se determinaron según la técnica normalizada por la compañía Denver Equipment (194) y que se discutió anteriormente (3.2.1). Se trataba de determinar los cerridos, por 200-m, logrados con diferentes tiempos de molienda y compararlos con unas curvas típicas de varias clases de minerales. A partir de operaciones industriales dicha compañía había determinado unos coeficientes que, en función del tamaño de la alimentación y del producto deseado, per-



miten dimensionar el molino necesario, mediante la fórmula :

$$Q = 1,08 \times f \times D^{2,7} \times L$$

donde,

- Q = Capacidad (t/24 h)
- D = Diámetro del molino (ft)
- L = Longitud del molino (ft), y
- f = El coeficiente indicado antes

Definido el diámetro se puede determinar la potencia necesaria (W en CV) supuesta que es directamente proporcional a la longitud pues viene ligada con el diámetro por la fórmula :

$$W/L = 1,85 \times 10^{-1} \times D^{2,5}$$

Al final se resolverá un ejemplo relacionado con la operación que dió origen al problema en estudio.

Los ensayos se realizaron en un molino de bolas de 12" x 9" con 18 kg de bolas y que giraba a 43 rpm. En cada ensayo se utilizaron 2 kg de mineral triturado a -10-m. Se agregó agua para tener una pulpa con el 70 % en sólidos. Al final del ensayo se sacó el mineral, se diluyó, se tamizó en húmedo por 200-m y los rechazos se secaron. El producto seco se tamizó en seco por varios tamices en serie.

Las granulometrías logradas para los diferentes tiempos de molienda se incluyen en la figura 24; en ella se recoge también la distribución de tamaños para la alimentación. La curva característica de molienda se ha trazado en la figura 25 junto con las correspondientes a tipos patronas. Se ve que el mineral problema fué un tipo comprendido entre fácil y medio.

La alimentación tenía, en el diagrama de Rosin-Rammler, una granulometría que se adaptaba a un trazo recto en su fracción fina y estaba ligeramente curvada en su fracción gruesa. Esto podría ser debido a la heterogeneidad del mineral, formado por diferentes especies minerales y también a la forma de preparación por trituración en circuito cerrado con el tamiz de 10-m. El tamaño equivalente al 80 % de cerridos sería el de 1,00 mm. Con la molienda la inflexión desapareció y aumentó la pendiente de la recta con su equivalencia de una menor dispersión de tamaño. Al continuar la molienda volvieron a aparecer dos tramos rectos posiblemente debido a la contribución o compor-

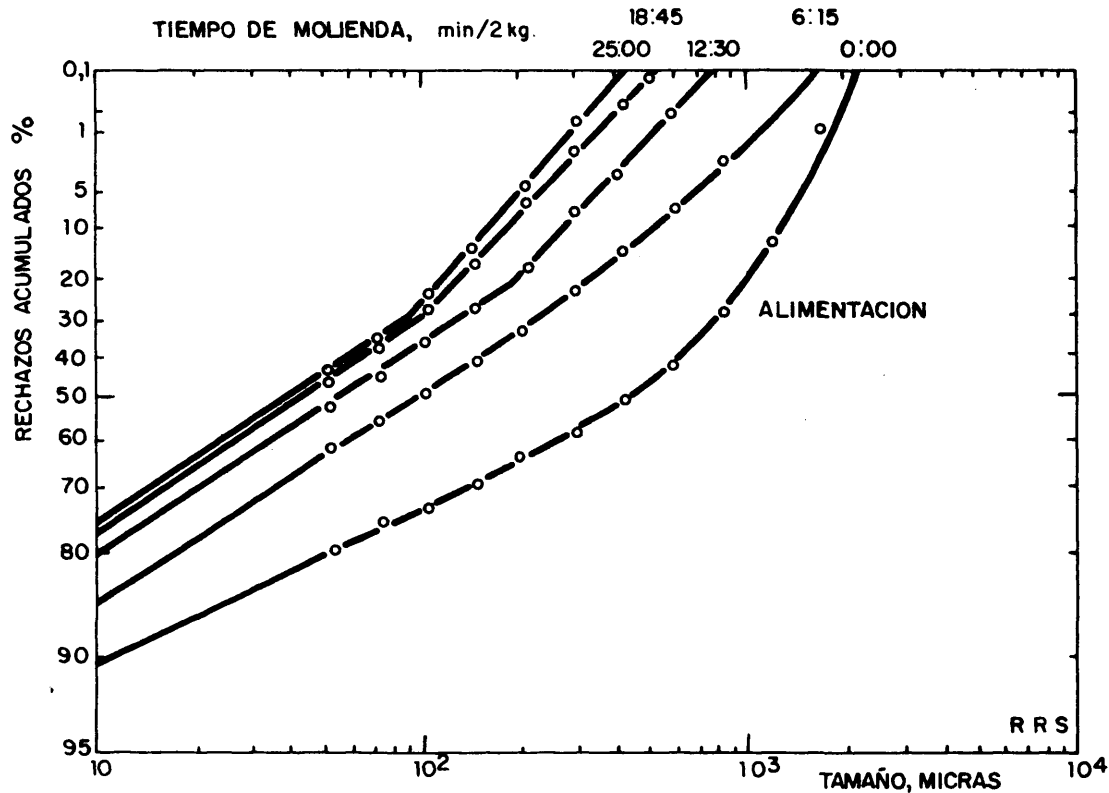


FIG.24-MOLIENDA DISCONTINUA CON BOLAS.

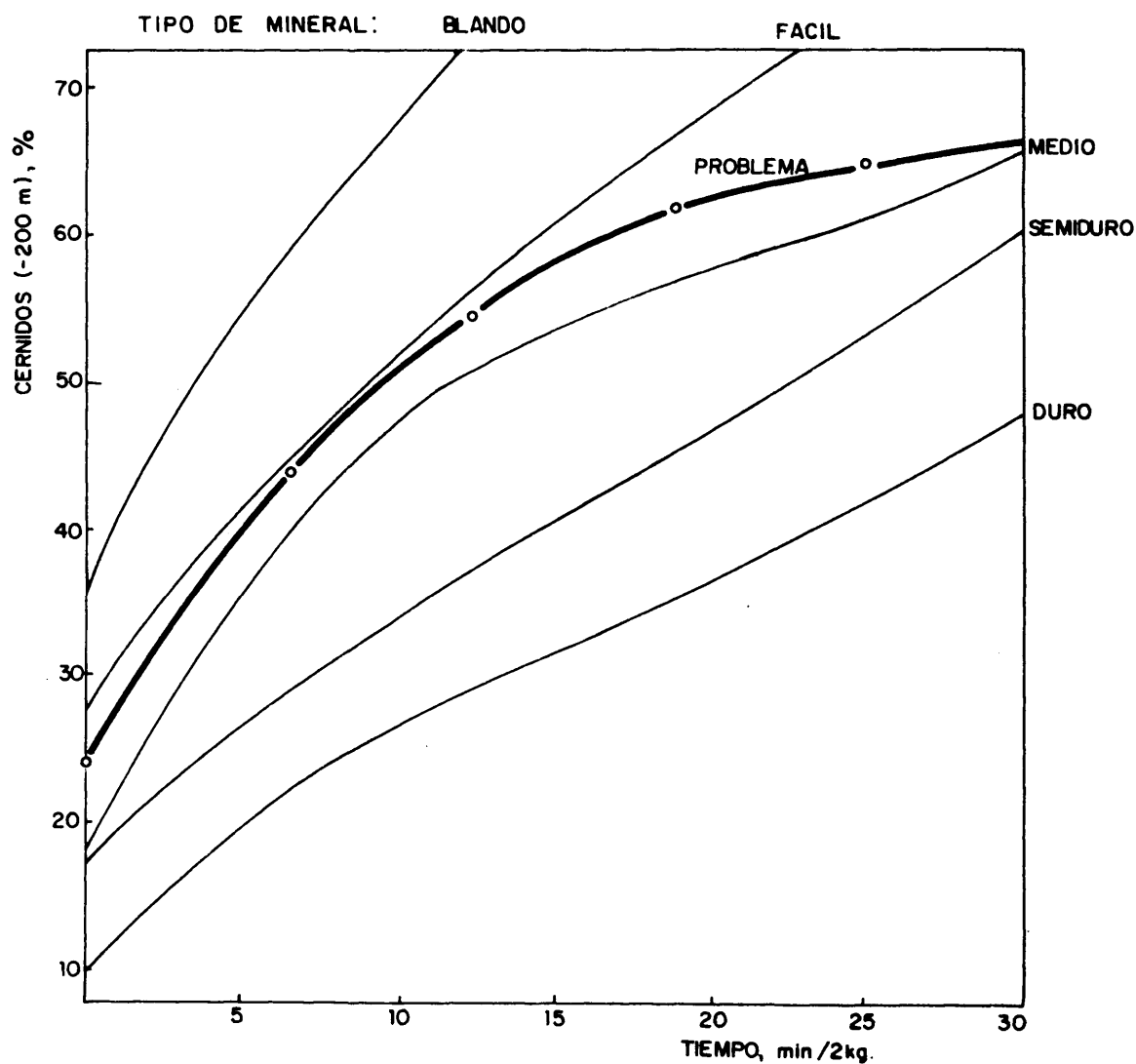


FIG.25-CURVA CARACTERISTICA DE MOLIENDA.

tamiento diferente respecto a la molienda en los componentes del mineral. Para una molienda a -35- $\mu$  (1 % de rechazo) el tamaño correspondiente al 80 % de cerechos sería de 0,14 mm y la relación de reducción de  $\sim 7,2$ ; esta molienda se alcanzaría con un tiempo de operación intermedio entre 12:30 min y 18:45 min.

A partir de la curva característica del tamaño a que se quiere llegar se calcularían las dimensiones del molino. A título de ejemplo se calculan a continuación las dimensiones del molino necesario para molar, a 35- $\mu$ , 200 t/d de mineral, magnitudes del orden de las esperadas para la aplicación en estudio y equivalentes a 220 t cortas. Si se partiese de una alimentación con tamaño nominal de media pulgada (80 % inferior a 3,3 mm), el factor característico del tipo de mineral y de la relación de reducción tendría un valor de 0,54 y substituyendo en la fórmula quedaría :

$$D^{2,7} \times L = (Q(1,08 \times f)) = (220/(1,08 \times 0,54)) = 377$$

Comparando con los tamaños comerciales el más próximo sería el de 5' x 5', cuyo valor de,

$$D^{2,7} \times L = 386$$

La potencia necesaria para su accionamiento sería :

$$W = 1,85 \times 10^{-1} \times D^{2,5} \times L \simeq 92 \text{ CV}$$

equivalentes a 4,22 kWh/t. El índice de trabajo deducido del mismo sería (231) :

$$W_1 = \frac{W}{10} \left[ \frac{\sqrt{d_{80}} \sqrt{D_{80}}}{\sqrt{D_{80}} - \sqrt{d_{80}}} \right] = \frac{4,22}{10} \left[ \frac{\sqrt{140} \sqrt{3.300}}{\sqrt{3.300} - \sqrt{140}} \right] \simeq 6,3 \text{ kWh/t}$$

que corresponde realmente a los minerales fáciles de molar.

A fin de facilitar los cálculos se ha elaborado la gráfica para selección de molinos que se indica en la figura 26 en la que se recogen los parámetros,

a) Capacidad base,  $N = Q/f = 1,08 \cdot D^{2,7} \cdot L$ , es decir la capacidad que deseamos como si estuviese referida a un mineral blando y a un tamaño de producto de 28- $\mu$ , es decir con  $f = 1$ . Esta se representa frente a los tamaños comerciales (D y L) de los molinos. A partir de la capacidad base pro-

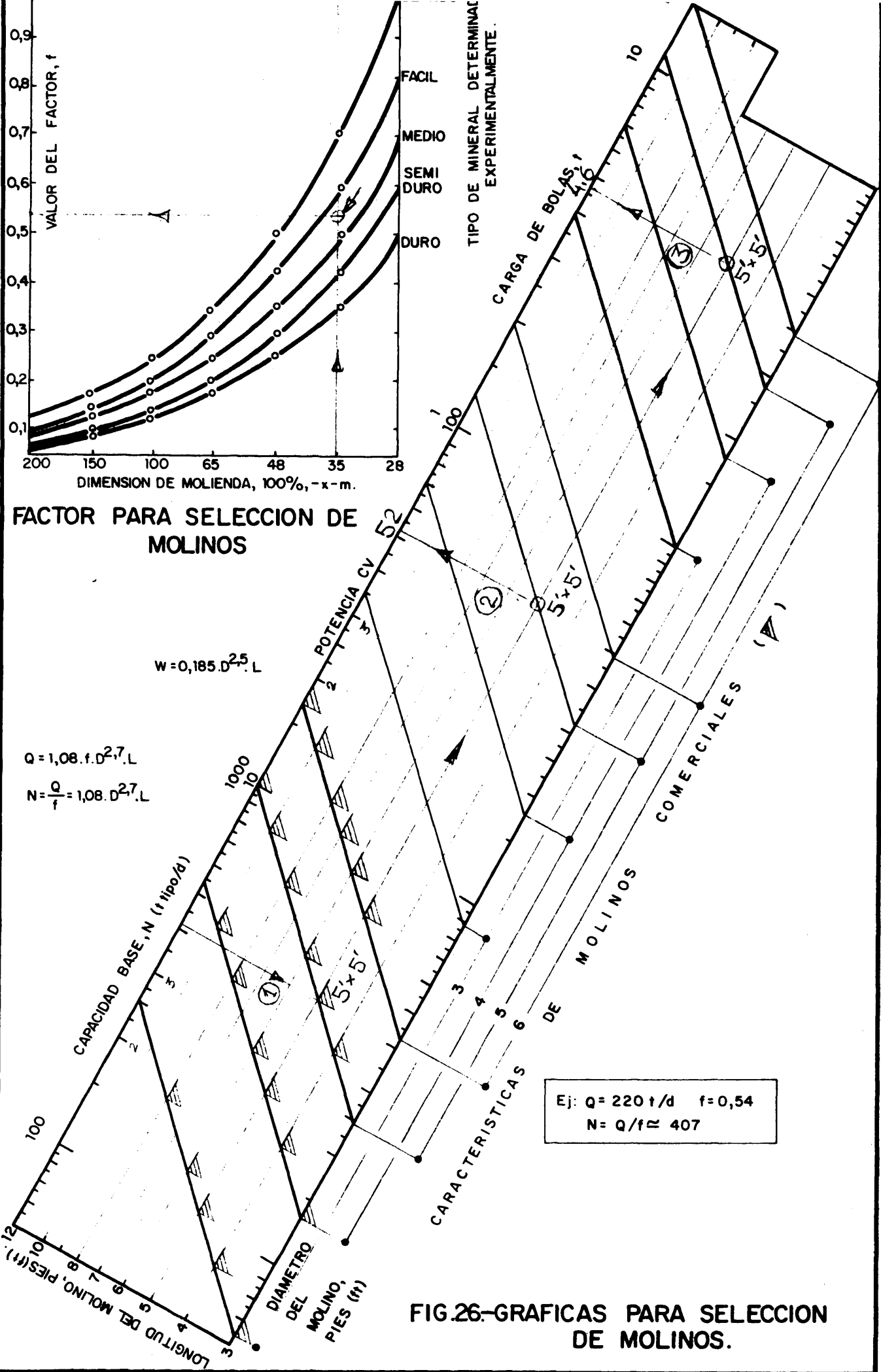


FIG.26.-GRAFICAS PARA SELECCION DE MOLINOS.

blama se puede deducir al tamaño necesario.

b) Potencia necesaria, frente a los tamaños de los molinos, según la fórmula  $W = 0,185 \cdot D^{2,5} \cdot L$ , y por último

c) Carga de bolas deducida a partir de la densidad aparente de las bolas y de un llenado del 50 % del volumen y obtenida al representar la fórmula,

$$B = 3,66 \times 10^{-2} \times D^2 \times L$$

En la figura 26 se indica como se hubiese procedido para el caso problama considerado anteriormente.

### 6.1.3. Influencia del tipo de molino en la molienda discontinua.

Los resultados de la molienda en molino de bolas indicados antes (6.1.2.) se compararon con los obtenidos en molino de barras que, en principio, debía de dar una granulometría más cerrada. Los ensayos se hicieron en un molino de barras de 7" x 14" y siguiendo la técnica indicada antes (3.2.1.). En la figura 27 se recogen los análisis de tamizado obtenidos con diferentes tiempos de molienda.

Comparando las granulometrías obtenidas con uno y otro molino, se observa :

a) En el molino de barras, y con tiempos cortos, se mantuvo la forma de la curva de alimentación y únicamente se fué aproximando a una recta para tiempos largos.

b) En el molino de bolas había al principio una reducción preferente de los gruesos pues para 3 min/kg mineral se tenían distribuciones adaptadas a una recta.

c) En el molino de barras se obtuvieron moliendas más gruesas para igualdad de tiempos de molienda.

d) Para moliendas muy finas las líneas de distribución granulométrica de los productos resultantes de ambos molinos fueron casi paralelas.

Con vistas a ensayos de tratamiento posterior, sedimentación o livi-

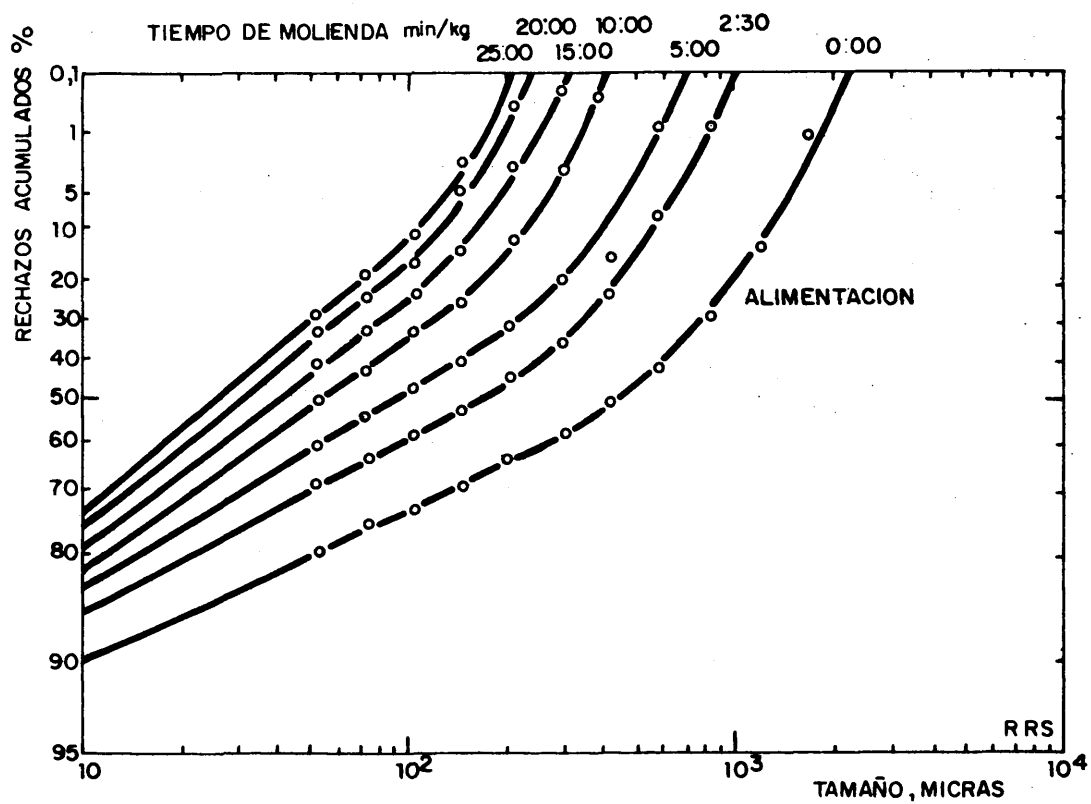


FIG.27 MOLIENDA ABIERTA CON BARRAS.

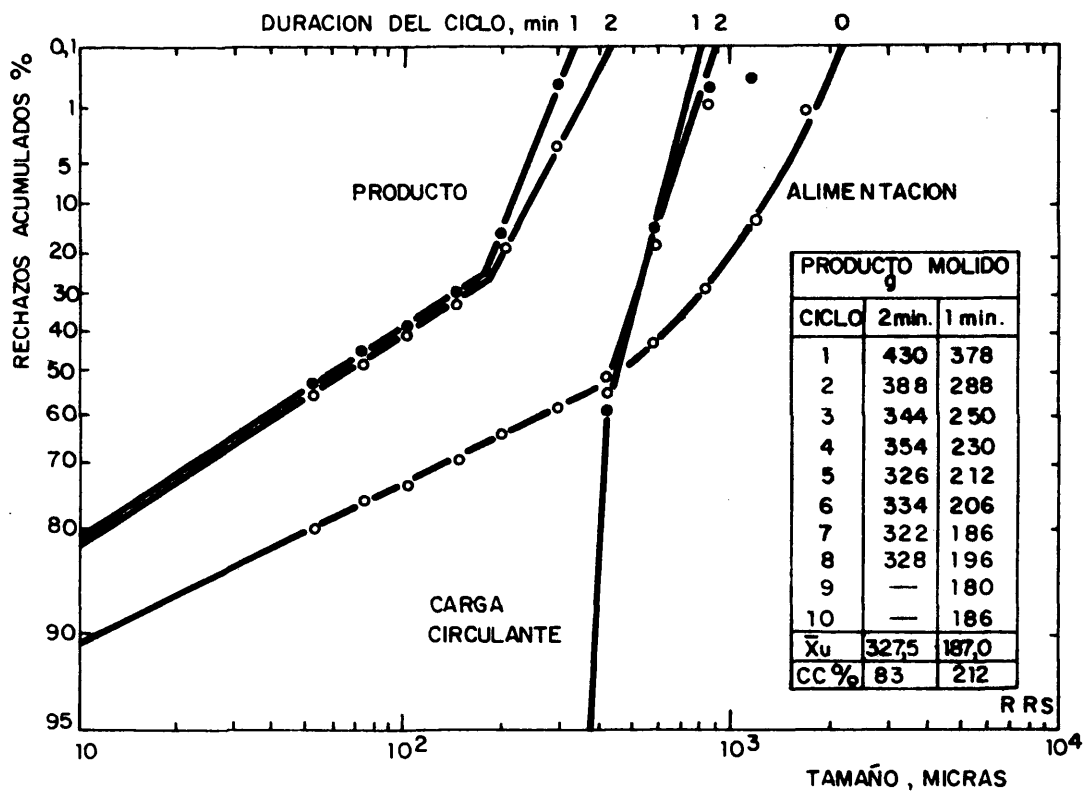


FIG.28.—MOLIENDA CICLICA CON BARRAS.

viación parece que sería más conveniente la preparación del mineral en molino de barras que en el de bolas, pues su granulometría se acercaría más a la de un circuito cerrado.

#### 6.1.4. Molienda abierta y cíclica.

Con el fin de determinar la influencia de la carga circulante en un circuito cerrado de molino de barras-clasificador se hicieron ensayos en el molino indicado antes (6.1.3.). El producto molido se separó en dos fracciones, producto y rechazo o carga circulante, mediante un tamiz de 48- $\mu$ . Los rechazos se filtraban y secaban y su peso se reajustaba a 600 g por edición de alimentación nueva. La operación se repetía hasta que se alcanzaba el equilibrio, 8 á 10 ciclos. En los productos se hizo el análisis de tamizado y los resultados expuestos con el valor medio; la carga circulante final también se sometió al tamizado.

Se utilizaron dos tiempos de molienda : 1 y 2 min.

Los resultados se indican en la figura 28. Como comentario cabe agregar :

- a) La carga circulante para ciclos de un minuto fué del 212 %, y para 2 min del 83 %.
- b) La distribución granulométrica del producto obtenido con tiempos cortos fué más gruesa y cerrada que para tiempos largos. En la fracción fina extrapolada (10  $\mu$ ) la diferencia supondría dos unidades de porcentaje.
- c) La producción de mineral molido aumentaba en un 14,2 %, para ciclos cortos respecto a los largos.
- d) Comparado con la molienda abierta todavía fué mayor la diferencia de producción. Referida a material producido a -48- $\mu$ , tendríamos :

|                                 |           |
|---------------------------------|-----------|
| Molienda abierta, durante 1 min | 132 g/min |
| Molienda abierta, durante 2 min | 81 g/min  |
| Molienda cíclica, durante 1 min | 187 g/min |
| Molienda cíclica, durante 2 min | 154 g/min |

- e) Como era de esperar la molienda en circuito cerrado produjo un producto con distribución más estrecha que la molienda en circuito abierto.

f) Como resumen se puede concluir que para este mineral interesa la molienda cerrada con cargas circulantes superiores al 200 %. Esto mejoraría el rendimiento de la instalación y daría una distribución granulométrica más favorable a las etapas siguientes, especialmente para el espesamiento.

## 6.2. Espesamiento neutro.

Los estudios se dirigieron a determinar las características de sedimentación y espesamiento de suspensiones de sólidos semejantes a las resultantes en el reboso de un clasificador. Se consideró el comportamiento directo de la pulpa y el de ésta después de agregarle floculante, separán, a dosis de (g/t) :

5, 10, 20, 40 y 80

Las respuestas que se tuvieron en cuenta fueron, la limpieza de los líquidos sobrenadantes, las necesidades de área unitaria y la consistencia de la descarga.

Los resultados obtenidos se indican en la tabla 8. En la figura 29 se recogen los dos casos extremos, así como la construcción para la obtención del área unitaria. La claridad de los líquidos fue buena en todos los casos.

En la tabla 8 se indican los tiempos correspondientes al punto crítico ( $t_0$ ) y el de dimensionado del área unitaria ( $t_u$ ). El área unitaria se calculó a partir de este último por la fórmula,

$$A = 69,4 (t_u / CoHo)$$

en donde,

A = área unitaria,  $m^2 \cdot t^{-1} \cdot d^{-1}$

Co = concentración inicial p/v, 23 % (77 20 % p/p)

Ho = altura inicial en mm

$t_u$  = tiempo (min) correspondiente a la intersección entre la tangente a la curva en el punto crítico y la paralela al eje de tiempos por la altura  $H_f$  correspondiente a la consistencia de descarga Cf. 74 p/v (77 80 % p/p) ( $H_f = CoHo/C_f$ ).

El área unitaria de la pulpa sin flocular fue de  $1,12 m^2 \cdot t^{-1} \cdot d^{-1}$  este valor se reduciría a aproximadamente  $1 m^2 \cdot t^{-1} \cdot d^{-1}$  con la adición de 15 g/t de floculante. Si la dosis se aumentase a 80 g/t el área se reduci



Tabla 8. Sedimentación de pulpas neutras (a).

| Tiempo<br>min (h)          | Floculante y dosis (g/t) |         |     |     |     |     |
|----------------------------|--------------------------|---------|-----|-----|-----|-----|
|                            | Ninguno                  | Separán |     |     |     |     |
|                            |                          | 5       | 10  | 20  | 40  | 80  |
| Altura de la interfase, mm |                          |         |     |     |     |     |
| 0                          | 440                      | 438     | 428 | 426 | 425 | 432 |
| 1                          | 439                      | 436     | 427 | 425 | 419 | 397 |
| 2                          | 438                      | 435     | 422 | 419 | 407 | 372 |
| 3                          | 434                      | 430     | 417 | 413 | 400 | 354 |
| 4                          | 430                      | 426     | 412 | 409 | 390 | 331 |
| 5                          | 425                      | 423     | 407 | 403 | 379 | 305 |
| 6                          | 420                      | 418     | 403 | 398 | 371 | 285 |
| 7                          | 414                      | 415     | 399 | 393 | 363 | 283 |
| 8                          | 411                      | 411     | 395 | 389 | 354 | 247 |
| 9                          | 406                      | 408     | 391 | 383 | 346 | 238 |
| 10                         | 402                      | 404     | 386 | 378 | 334 | 229 |
| 15                         | 383                      | 380     | 366 | 354 | 298 | 219 |
| 30                         | 327                      | 322     | 311 | 288 | 232 | 192 |
| 45                         | 290                      | 280     | 253 | 246 | 217 | 182 |
| 60                         | 266                      | 252     | 238 | 232 | 207 | 178 |
| 90                         | 235                      | 232     | 224 | 219 | 195 | 171 |
| 120                        | 225                      | 222     | 215 | 210 | 188 | 168 |
| (3)                        | 211                      | 211     | 202 | 198 | 178 | 166 |
| (4)                        | 201                      | 201     | 193 | 189 | 173 | 164 |
| (6)                        | 188                      | 189     | 182 | 179 | 167 | 163 |
| (8)                        | 179                      | 180     | 173 | 172 | 163 | 163 |
| (19)                       | 159                      | 162     | 158 | 158 | 157 | 161 |

$t_c$ , Tiempo correspondiente al punto crítico, min

62      61      55      48      34      22,5

$t_u$ , Tiempo determinante del área, min

164      160      154      139      115      61

Área unitaria,  $m^2 \cdot t^{-1} \cdot g^{-1}$ , para descarga 50 % sólidos p/p

1,12      1,10      1,08      0,95      0,82      0,43

Descarga para 19 h de retención % sólidos p/p

44,9      44,3      44,3      44,2      44,3      44,2

a) Alimentación 20 % sólidos p/p ( $\neq$  23 % p/v); separán 0,1 g/l

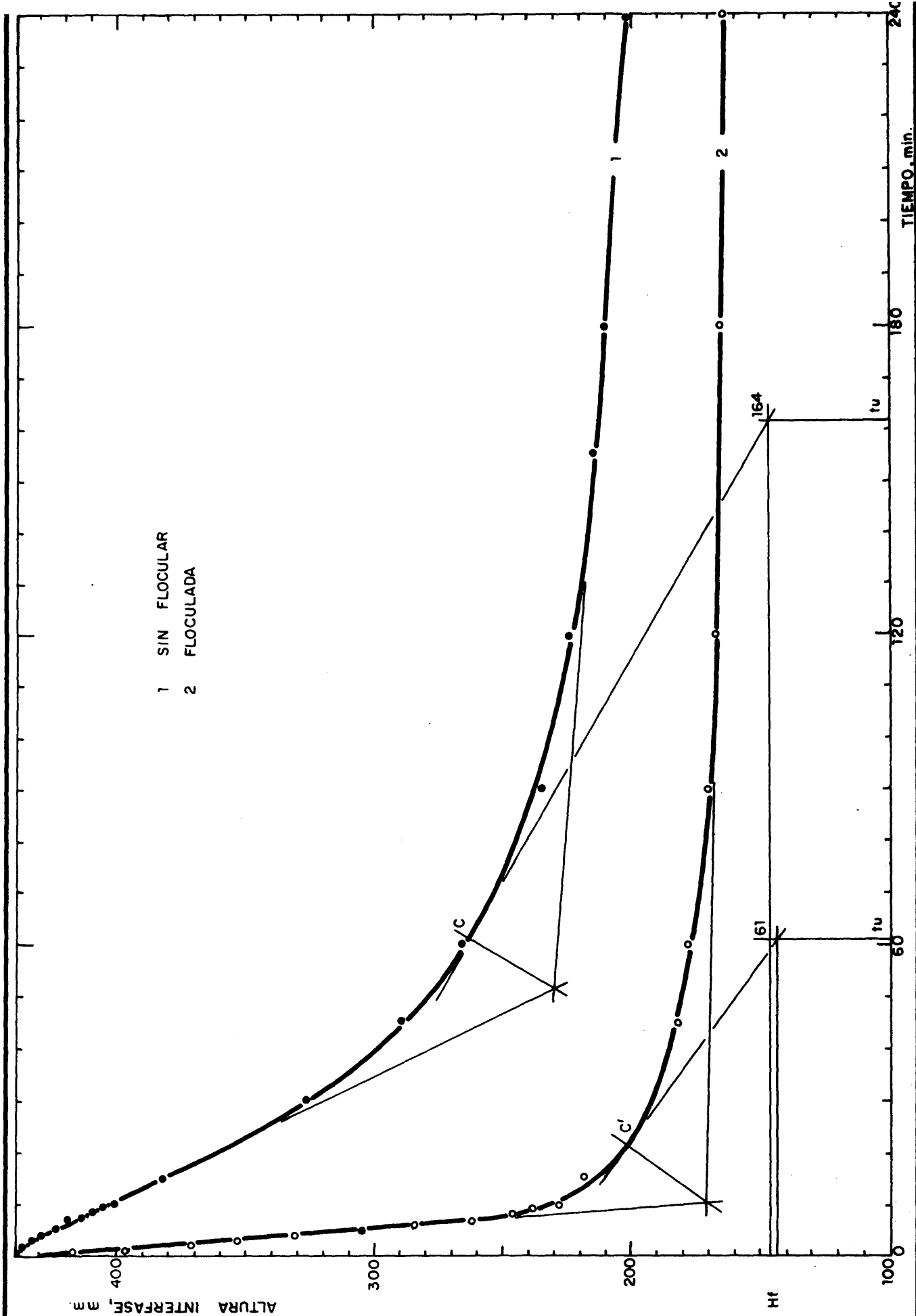


FIG.29-SEDIMENTACION DE PULPAS NEUTRAS.

ría al 38 % del valor anterior.

La concentración en sólidos para 19 h de retención fué relativamente baja, (44,2-44,9 %). Este valor aumentaría algo cuando se trabajase en marcha continua en un espesador alto ( $>2$  m) y con rastrillos.

En resumen se puede concluir que la sedimentación de las pulpas fué factible aunque no fué fácil y que el espesamiento conduciría a pulpas poco concentradas (75 % en sólidos).

### 6.3. Lixiviación.

Sobre el mineral todo-uno se realizó una primera serie de ensayos de tanteo considerando las variables que pueden influir en la disolución del uranio así como sus interacciones. En este programa únicamente se consideraron dos niveles de cada variable. El estudio se completó con una segunda experiencia factorial reduciendo al número de variables pero aumentando en cambio el número de niveles considerados.

#### 6.3.1. Ensayos previos de tanteo.

##### a) Condiciones.

En este planteo únicamente se mantuvo fija la dilución de la pulpa, que se estableció en una relación de líquidos a sólidos de 1, o sea con el 50 % de sólidos (p/p).

Las variables y niveles ensayados fueron :

|   |        |   |         |
|---|--------|---|---------|
| A, dosis de ácido sulfúrico, kg/t         | 75 (1) | y | 120 (a) |
| B, temperatura, °C                        | 20 (1) | y | 40 (b)  |
| C, tiempo de agitación, h                 | 4 (1)  | y | 12 (c)  |
| D, dosis de oxidante, kg $MnO_2$ /t       | 0 (1)  | y | 5 (d)   |
| E, granulometría, 100 % inferior al tamiz | 20 (1) | y | 48 (e)  |

La distribución granulométrica, rechazos (%) acumulados sobre el tamiz Tyler X-m, que se indica fué :

|    |               |               |               |
|----|---------------|---------------|---------------|
| Ej | 20-m (0);     | 28-m (15,1);  | 35-m (27,7);  |
|    | 48-m (38,0);  | 65-m (48,6);  | 100-m (55,2); |
|    | 150-m (63,2); | 200-m (67,8); | 270-m (72,7). |

E2,      48-m (0);      65-m (14,4);      100-m (31,3);  
          150-m (46,0);      200-m (52,9);      270-m (61,8).

Los ensayos se realizaron según un plan factorial completo. En total se hicieron 32 ensayos.

#### b) Resultados.

Se indican en la tabla 9, en la que se recogen el pH y potencial redox de la pulpa, la concentración de los líquidos en uranio, cobre, el peso del residuo y sus leyes en uranio y cobre, así como las solubilizaciones de uranio y cobre, calculadas sobre la pérdida de uranio en los residuos y sobre el cobre existente en los líquidos.

#### c) Discusión.

1) Disolución de uranio. El análisis de los datos se ha basado en el análisis de la varianza de la pérdida de uranio en los residuos para cada combinación de tratamiento. El empleo de esta magnitud permite una comparación directa entre el valor del efecto obtenido y el incremento de coste por modificación del tratamiento. El uranio de los líquidos únicamente se ha considerado a fines de balance para el cálculo de la ley recalculada.

El análisis de la varianza indicado se recoge en la tabla 10 en la que también se resaltan los valores de los efectos significativos. De la consideración de la misma se deduce que tuvieron influencia estadísticamente significativa :

- el aumento de la dosis de ácido,
- la elevación de la temperatura de ataque,
- la prolongación del tiempo de agitación, y
- las interacciones de primer grado del ácido, con la temperatura, con el tiempo y con el tamaño.

No fueron estadísticamente significativas como tales variables principales :

- el tamaño del mineral y el empleo de oxidante

El incremento de la dosis de ácido fué el factor que más influyó. Produjo una disminución de 430 g  $U_3O_8$ /t en las pérdidas de uranio en los residuos. Desde el punto de vista práctico el nivel inferior de ácido era inaceptable.

Tabla 9. Lixiviación directa del mineral todo uno al plantao primario.

| A<br>g/t | Variables * |        |           |     | Pulpa |     | Líquido      |           | Peso<br>% | Residuo  |         |           | Recuperación |       |
|----------|-------------|--------|-----------|-----|-------|-----|--------------|-----------|-----------|----------|---------|-----------|--------------|-------|
|          | C<br>h      | D<br>m | E<br>kg/t | *   | pH    | mV  | U308<br>mg/l | Cu<br>g/l |           | U308 g/t |         | Ley<br>Cu | %            |       |
|          |             |        |           |     |       |     |              |           |           | Ley      | Pérdida |           | Urano        | Cobre |
| 75       | 20          | 4      | 20        | 0   | 1,3   | 350 | 126          | 35,0      | 92,0      | 825      | 780     | 3,05      | 14,2         | 55,3  |
|          |             |        |           | 5   | 1,5   | 420 | 153          | 39,8      | 92,4      | 780      | 721     | 2,42      | 18,5         | 62,0  |
|          |             | 48     | 0         | 1,3 | 360   | 84  | 38,2         | 91,4      | 890       | 815      | 2,25    | 8,0       | 59,8         |       |
|          |             |        | 5         | 1,6 | 415   | 142 | 39,1         | 92,0      | 820       | 755      | 2,99    | 14,9      | 61,0         |       |
|          |             | 12     | 20        | 0   | 1,4   | 360 | 257          | 40,0      | 91,7      | 690      | 633     | 2,15      | 28,6         | 62,5  |
|          |             |        |           | 5   | 1,7   | 400 | 158          | 36,4      | 93,1      | 795      | 740     | 2,76      | 15,5         | 58,8  |
|          | 40          | 4      | 20        | 0   | 1,4   | 360 | 72           | 39,4      | 91,4      | 890      | 814     | 3,08      | 8,1          | 61,5  |
|          |             |        |           | 5   | 1,8   | 390 | 131          | 40,4      | 91,8      | 830      | 761     | 3,00      | 14,0         | 63,0  |
|          |             | 12     | 20        | 0   | 1,4   | 360 | 150          | 39,4      | 91,0      | 815      | 742     | 2,72      | 15,1         | 61,8  |
|          |             |        |           | 5   | 1,7   | 400 | 185          | 37,3      | 91,2      | 775      | 709     | 3,02      | 20,0         | 58,3  |
|          |             | 48     | 0         | 1,5 | 360   | 121 | 38,1         | 91,0      | 780       | 765      | 3,55    | 13,6      | 59,5         |       |
|          |             |        | 5         | 1,8 | 390   | 123 | 36,0         | 91,2      | 840       | 765      | 2,77    | 13,5      | 58,3         |       |
| 20       | 4           | 20     | 0         | 0,5 | 390   | 372 | 39,8         | 91,8      | 580       | 514      | 3,08    | 42,0      | 62,0         |       |
|          |             |        | 5         | 0,6 | 430   | 375 | 37,8         | 91,1      | 555       | 505      | 3,44    | 42,9      | 59,0         |       |
|          |             | 48     | 0         | 0,5 | 390   | 517 | 36,4         | 90,8      | 420       | 381      | 3,05    | 57,0      | 55,8         |       |
|          |             |        | 5         | 0,6 | 440   | 410 | 37,5         | 90,4      | 535       | 484      | 3,03    | 45,4      | 58,5         |       |
|          |             | 12     | 20        | 0   | 0,6   | 390 | 532          | 38,8      | 90,9      | 390      | 354     | 2,89      | 60,0         | 60,2  |
|          |             |        |           | 5   | 0,6   | 410 | 477          | 37,3      | 91,6      | 480      | 412     | 2,98      | 53,5         | 58,3  |
|          | 40          | 4      | 20        | 0   | 0,3   | 400 | 622          | 37,8      | 90,8      | 295      | 268     | 2,35      | 69,7         | 59,0  |
|          |             |        |           | 5   | 0,7   | 400 | 613          | 38,8      | 90,6      | 315      | 288     | 2,62      | 67,7         | 60,2  |
|          |             | 12     | 20        | 0   | 0,4   | 390 | 632          | 36,4      | 90,4      | 295      | 267     | 3,07      | 68,8         | 58,8  |
|          |             |        |           | 5   | 0,8   | 400 | 653          | 40,4      | 90,0      | 245      | 221     | 3,08      | 75,0         | 63,0  |
|          |             | 48     | 0         | 0,7 | 390   | 671 | 36,7         | 89,9      | 215       | 193      | 3,05    | 78,2      | 57,2         |       |
|          |             |        | 5         | 0,8 | 390   | 677 | 38,1         | 90,8      | 230       | 209      | 2,60    | 76,4      | 59,5         |       |
| 40       | 4           | 20     | 0         | 0,3 | 400   | 622 | 37,8         | 90,8      | 295       | 268      | 2,35    | 69,7      | 59,0         |       |
|          |             |        | 5         | 0,7 | 400   | 613 | 38,8         | 90,6      | 315       | 288      | 2,62    | 67,7      | 60,2         |       |
|          |             | 12     | 20        | 0   | 0,4   | 390 | 632          | 36,4      | 90,4      | 295      | 267     | 3,07      | 68,8         | 58,8  |
|          |             |        |           | 5   | 0,8   | 400 | 653          | 40,4      | 90,0      | 245      | 221     | 3,08      | 75,0         | 63,0  |
|          |             | 48     | 0         | 0,7 | 390   | 671 | 36,7         | 89,9      | 215       | 193      | 3,05    | 78,2      | 57,2         |       |
|          |             |        | 5         | 0,8 | 390   | 677 | 38,1         | 90,8      | 230       | 209      | 2,60    | 76,4      | 59,5         |       |
|          | 20          | 4      | 20        | 0   | 0,5   | 390 | 372          | 39,8      | 91,8      | 580      | 514     | 3,08      | 42,0         | 62,0  |
|          |             |        |           | 5   | 0,6   | 430 | 375          | 37,8      | 91,1      | 555      | 505     | 3,44      | 42,9         | 59,0  |
|          |             | 48     | 0         | 0,5 | 390   | 517 | 36,4         | 90,8      | 420       | 381      | 3,05    | 57,0      | 55,8         |       |
|          |             |        | 5         | 0,6 | 440   | 410 | 37,5         | 90,4      | 535       | 484      | 3,03    | 45,4      | 58,5         |       |
|          |             | 12     | 20        | 0   | 0,6   | 390 | 532          | 38,8      | 90,9      | 390      | 354     | 2,89      | 60,0         | 60,2  |
|          |             |        |           | 5   | 0,6   | 410 | 477          | 37,3      | 91,6      | 480      | 412     | 2,98      | 53,5         | 58,3  |

A, Dosis de ácido sul ; B, Temperatura; C, Tiempo; D, Tamaño mallas; E, densa.

Tabla 10. Análisis de la varianza de las respuestas del primer factorial.

| Causa de la variación  | Grados de libertad | Pérdida de uranio, g U <sub>3</sub> O <sub>8</sub> /t |                             | Recuperación de cobre, % |                       |                             |        |
|--|--------------------|---|-----------------------------|--------------------------|-----------------------|-----------------------------|--------|
|  |                    | Suma de cuadrados (1)                                 | Significación positiva (11) | Efecto                   | Suma de cuadrados (1) | Significación positiva (11) | Efecto |
| Efectos principales  |                    |   |                             |                          |                       |                             |        |
| A; dosis de ácido  | 1                  | 1.482 (6)   | 0,001                       | -430                     | 8.128 (-1)            | -                           | -      |
| B; temperatura   | 1                  | 7.440 (4)   | 0,01                        | -96                      | 1.015 (0)             | -                           | -      |
| C; tiempo  | 1                  | 2.425 (4)   | 0,01                        | -88                      | 3.003 (-1)            | -                           | -      |
| D; tamaño  | 1                  | 4.575 (2)   | -                           | -                        | 1.128 (-1)            | -                           | -      |
| E; oxidante  | 1                  | 2.385 (2)   | -                           | -                        | 1.163 (0)             | -                           | -      |
| Interacciones de primer orden  |                    |   |                             |                          |                       |                             |        |
| A x B  | 1                  | 6.204 (4)   | 0,01                        | -88                      | 6.938 (0)             | -                           | -      |
| A x C  | 1                  | 1.707 (4)   | 0,01                        | -46                      | 6.903 (-1)            | -                           | -      |
| A x D  | 1                  | 3.131 (4)   | 0,01                        | -62                      | 3.125 (-4)            | -                           | -      |
| A x E  | 1                  | 1.313 (3)   | -                           | -                        | 1.240 (0)             | -                           | -      |
| B x C  | 1                  | 3.719 (3)   | -                           | -                        | 1.488 (0)             | -                           | -      |
| B x D  | 1                  | 8.303 (2)   | -                           | -                        | 4.753 (-1)            | -                           | -      |
| B x E  | 1                  | 5.695 (2)   | -                           | -                        | 1.128 (-1)            | -                           | -      |
| C x D  | 1                  | 7.812 (-1)  | -                           | -                        | 4.883 (0)             | -                           | -      |
| C x E  | 1                  | 4.133 (2)   | -                           | -                        | 2.285 (1)             | 0,1                         | -1,68  |
| D x E  | 1                  | 2.295 (3)   | -                           | -                        | 4.728 (0)             | -                           | -      |
| Resido de interacciones  |                    |   |                             |                          |                       |                             |        |
| (Residual)   | 16                 | 1.316 (3)   | -                           | -                        | 8.806 (0)             | -                           | -      |
| 1) Residual formado por las interacciones de orden tres y superiores. 11) Valor mínimo (----) del cuadrado medio significativo a los niveles : Uranio, 0,1 (4,01 (3) ); 0,05 (8,99 (3) ); 0,01 (1,22 (4) ); 0,001 (---- ( ) ); Cobre, 0,1 (1,77 (1) ); 0,08 (2,60 (1) ). |                    |   |                             |                          |                       |                             |        |

1) Residual formado por las interacciones de orden tres y superiores. 11) Valor mínimo (----) del cuadrado medio significativo a los niveles: Uranio, 0,1 (4,01 (3)); 0,05 (8,90 (3)); 0,01 (1,22 (4)); 0,001 (----); Cobre, 0,1 (1,77 (1)); 0,05 (2,60 (1)).

La elevación de la temperatura de ataque también tuvo un efecto benéfico pues reducía las pérdidas de uranio en los residuos en 96 g  $U_3O_8/t$ .

La prolongación del tiempo de ataque fué igualmente favorable pues su efecto significaba una reducción de las pérdidas de uranio en los residuos en 55 g  $U_3O_8/t$ .

Las interacciones del ácido con las otras dos variables principales indicadas fué también en el sentido de favorecer la disolución del uranio. Se tenía una reducción de 88 g  $U_3O_8/t$  en las pérdidas por efecto de la interacción ácido-temperatura y una disminución de las pérdidas de 45 g  $U_3O_8/t$  por efecto de la interacción ácido-tiempo de agitación.

La tercera interacción significativa fué la del ácido con el tamaño del mineral. Fuó favorable a la disolución del uranio con una reducción de pérdidas de 62 g  $U_3O_8/t$ . De acuerdo con esto interesa emplear granulometría fina, a pesar de que el tamaño como tal factor aislado no tenga influencia, este resultado se debe probablemente a que el mineral más fino consume más ácido y en el efecto medio tuvieron mucho peso los valores obtenidos con do sis bajas de ácido que al quedar en déficit enmascaron la influencia de la granulometría. Mientras que cuando la cantidad de ácido adquiere un valor adecuado se cuando aparece el efecto beneficioso de la molienda y de ahí la interacción.

Las condiciones óptimas deducidas corresponderían a un tratamiento en el que todas las variables excepto el oxidante estarían en el nivel máxi mo, es decir :

|   |      |     |
|---|------|-----|
| A, dosis de ácido,                        | kg/t | 120 |
| B, temperatura,                           | °C   | 40  |
| C, tiempo,                                | h    | 12  |
| D, dosis de oxidante, kg $MnO_2/t$        |      | 0   |
| E, granulometría, 100 % inferior al tamiz |      | 48  |

Las pérdidas de uranio (g  $U_3O_8/t$ ) más probables para estas condiciones serían :

$$P = 142 \pm 15,9$$

La desviación típica interna resultante del planteo fué de 36,3 g  $U_3O_8/t$ .

La disolución de uranio (%) equivalente a las pérdidas anteriores, es

rían, para la ley recalculada de 886 g  $U_3O_8/t$ , de :

$$R = 84,0 \pm 1,8$$

ii) Disolución de cobre. El análisis de la varianza se ha hecho con los datos de la disolución de cobre (%). El resultado se indica en la tabla 10. En este caso particular no tuvo influencia estadísticamente significativa ninguno de los factores principales y únicamente la interacción temperatura-oxidante fué significativa en el nivel del 0,1 con un efecto de -1,7 unidades en el porcentaje de disolución. Las recuperaciones a esperar serían :

- para la combinación de tratamiento (1), o (ca) 88,8 %
- para la combinación de tratamiento (a), o (a) 80,5 %

iii) pH. El valor de pH final de la pulpa en los ensayos con dosis baja de ácido estuvo comprendido entre 1,3 y 1,8. Al aumentar la dosis de ácido se redujo a valores comprendidos entre 0,3 y 0,8.

iv) Potencial. El valor de potencial redox para los ensayos sin oxidante y con dosis baja de ácido, osciló entre 350 y 370 mV. Para los ensayos con dosis alta de ácido o con oxidante el intervalo estuvo comprendido entre 390 y 430 mV.

v) Pérdida de peso. Durante el ataque fué de un 10 % aproximadamente.

#### d) Resumen.

Como resumen cabría señalar que la disolución de uranio fué baja y que sobre la misma influían la dosis de ácido, la temperatura de ataque y el tiempo de agitación. El tamaño no era un factor directamente condicionante, pero sí por medio de una interacción con la dosis de ácido, con dosis bajas iban mejor los tamaños gruesos, mientras que con dosis de ácido altas (dentro de un intervalo práctico) fué mejor la granulometría fina. No influyó la presencia de oxidante.

Fueron también significativas la interacción de la dosis de ácido con las otras dos variables principales, temperatura y tiempo. Con el fin de aumentar la disolución de uranio, así como de profundizar en la interacción de las variables en un entorno práctico de trabajo, interesaría realizar un nuevo planteo experimental.

La disolución del cobre fué solo parcial pero tampoco se pretendía una extracción alta.



### 6.3.2. Influencia de las variables principales.

#### a) Condiciones.

De acuerdo con lo indicado antes (6.3.1.) se podían retener como variables fijas, la granulometría (-48- $\mu$ ), el oxidante (sin agregar) y la dilución de la pulpa (50 % en sólidos). Por el contrario habría que centrar la atención experimental en los factores dosis de ácido, temperatura y tiempo de ataque.

Los criterios que llevaron a la elección de los niveles de ensayo fueron :

Dedicar el máximo interés a la dosis de ácido, pues fué el factor que más influyó en la disolución. En consecuencia se eligieron cinco niveles entre 120 y 180 kg  $H_2SO_4$ /t. El espaciado entre niveles se hizo partiendo de la hipótesis de que la disolución de uranio podría estar relacionada con la dosis de ácido por una función hipérbólica. Para poner esto de manifiesto, así como para facilitar la interpretación de resultados, se mantuvo constante el intervalo entre las inversas de la dosis de ácido.

Para la temperatura se consideraron dos niveles, uno moderado (40 °C) y otro (60 °C) próximo al valor máximo del tolerado por el equipo (recubrimiento de goma).

El tiempo se estudió a tres niveles por la incidencia que tiene sobre el dimensionado de equipo en un diseño nuevo o bien sobre la capacidad de una planta ya existente.

Como resumen, cabe señalar que el planteo quedó con las variables y niveles :

|                                    |                          |
|------------------------------------|--------------------------|
| A, dosis de ácido, kg $H_2SO_4$ /t | 120, 131, 144, 160 y 180 |
| B, temperatura, °C                 | 40 y 60                  |
| C, tiempo, h                       | 12, 18 y 24              |

#### b) Resultados.

Se indican en la tabla 11 en la que se recogen el pH y potencial redox de la pulpa, la concentración de los líquidos (para relación líquido a sólido unidad) en uranio y cobre, así como las impurezas (hierro total, hierro ferroso y fosfatos) para 24 h de ataque, el peso y las leyes de los residuos y los rendimientos de ataque para cobre y uranio.

Tabla 11. Resultados de la lixiviación del mineral todo uno según el segundo planteo factorial.

| Variables (*) |    |    | Pulpa |     | Líquido                               |           | Residuo   |                                     |         | Recuperación,  |        |       |
|---------------|----|----|-------|-----|---------------------------------------|-----------|-----------|-------------------------------------|---------|----------------|--------|-------|
| A             | B  | C  | pH    | mV  | U <sub>3</sub> O <sub>8</sub><br>mg/l | Cu<br>g/l | Peso<br>% | U <sub>3</sub> O <sub>8</sub> , g/t |         | Ley<br>Cu<br>% | %      |       |
| g/t           | °C | h  |       |     |                                       |           |           | Ley                                 | Pérdida |                | Uranio | Cobre |
| 120           | 40 | 12 | 0,7   | 375 | 740                                   | 46,3      | 93,1      | 184                                 | 144     | 1,98           | 88,9   | 71,1  |
|               |    | 18 | 1,0   | 375 | 780                                   | 46,2      | 93,2      | 151                                 | 140     | 1,91           | 89,1   | 72,0  |
|               |    | 24 | 0,9   | 380 | 755                                   | 47,1      | 92,4      | 147                                 | 135     | 1,89           | 89,1   | 72,7  |
|               | 60 | 12 | 1,1   | 370 | 755                                   | 47,3      | 91,1      | 121                                 | 110     | 1,82           | 88,8   | 70,8  |
|               |    | 18 | 1,2   | 370 | 785                                   | 49,1      | 92,1      | 117                                 | 108     | 1,85           | 89,4   | 73,2  |
|               |    | 24 | 1,2   | 370 | 770                                   | 49,6      | 91,4      | 115                                 | 105     | 1,87           | 89,1   | 77,7  |
|               |    | 12 | 0,9   | 390 | 760                                   | 46,0      | 92,8      | 137                                 | 127     | 1,98           | 88,7   | 71,3  |
|               |    | 18 | 0,7   | 395 | 770                                   | 46,5      | 91,6      | 137                                 | 126     | 1,85           | 89,5   | 73,4  |
|               |    | 24 | 0,8   | 375 | 765                                   | 46,3      | 91,7      | 124                                 | 113     | 1,84           | 88,3   | 73,7  |
| 131           | 40 | 12 | 0,9   | 390 | 760                                   | 46,0      | 92,8      | 137                                 | 127     | 1,98           | 88,7   | 71,3  |
|               |    | 18 | 0,7   | 395 | 770                                   | 46,5      | 91,6      | 137                                 | 126     | 1,85           | 89,5   | 73,4  |
|               |    | 24 | 0,8   | 375 | 765                                   | 46,3      | 91,7      | 124                                 | 113     | 1,84           | 88,3   | 73,7  |
|               | 60 | 12 | 1,0   | 380 | 780                                   | 48,5      | 90,9      | 109                                 | 99      | 1,48           | 87,9   | 70,0  |
|               |    | 18 | 1,1   | 380 | 780                                   | 50,1      | 90,9      | 108                                 | 98      | 1,53           | 87,8   | 70,3  |
|               |    | 24 | 1,1   | 375 | 800                                   | 50,9      | 90,0      | 112                                 | 101     | 1,40           | 88,8   | 80,2  |
|               |    | 12 | 0,5   | 390 | 775                                   | 48,1      | 92,1      | 125                                 | 115     | 1,95           | 89,0   | 71,9  |
|               |    | 18 | 0,7   | 380 | 780                                   | 47,2      | 92,2      | 113                                 | 104     | 1,78           | 88,8   | 74,3  |
|               |    | 24 | 1,0   | 375 | 740                                   | 45,5      | 90,2      | 131                                 | 118     | 1,87           | 85,8   | 73,9  |
| 144           | 40 | 12 | 0,5   | 390 | 775                                   | 48,1      | 92,1      | 125                                 | 115     | 1,95           | 89,0   | 71,9  |
|               |    | 18 | 0,7   | 380 | 780                                   | 47,2      | 92,2      | 113                                 | 104     | 1,78           | 88,8   | 74,3  |
|               |    | 24 | 1,0   | 375 | 740                                   | 45,5      | 90,2      | 131                                 | 118     | 1,87           | 85,8   | 73,9  |
|               | 60 | 12 | 1,1   | 380 | 795                                   | 50,9      | 90,4      | 101                                 | 91      | 1,45           | 88,6   | 70,6  |
|               |    | 18 | 1,0   | 350 | 800                                   | 51,9      | 89,7      | 101                                 | 90      | 1,37           | 89,1   | 80,7  |
|               |    | 24 | 1,1   | 355 | 790                                   | 51,1      | 90,0      | 102                                 | 92      | 1,35           | 89,5   | 81,0  |
|               |    | 12 | 1,0   | 385 | 780                                   | 46,8      | 92,1      | 116                                 | 105     | 1,94           | 88,6   | 72,1  |
|               |    | 18 | 0,8   | 390 | 800                                   | 47,3      | 91,1      | 110                                 | 100     | 1,78           | 90,0   | 74,5  |
|               |    | 24 | 0,6   | 400 | 795                                   | 47,7      | 91,5      | 105                                 | 98      | 1,75           | 89,1   | 74,8  |
| 160           | 40 | 12 | 1,0   | 385 | 780                                   | 46,8      | 92,1      | 116                                 | 105     | 1,94           | 88,6   | 72,1  |
|               |    | 18 | 0,8   | 390 | 800                                   | 47,3      | 91,1      | 110                                 | 100     | 1,78           | 90,0   | 74,5  |
|               |    | 24 | 0,6   | 400 | 795                                   | 47,7      | 91,5      | 105                                 | 98      | 1,75           | 89,1   | 74,8  |
|               | 60 | 12 | 1,1   | 370 | 785                                   | 52,3      | 89,9      | 93                                  | 84      | 1,23           | 86,9   | 82,8  |
|               |    | 18 | 1,0   | 395 | 820                                   | 52,5      | 89,3      | 93                                  | 83      | 1,20           | 90,3   | 83,3  |
|               |    | 24 | 0,9   | 380 | 805                                   | 52,9      | 89,0      | 91                                  | 81      | 1,24           | 90,7   | 82,7  |
|               |    | 12 | 0,6   | 400 | 805                                   | 47,2      | 91,6      | 99                                  | 91      | 1,85           | 89,6   | 73,6  |
|               |    | 18 | 0,6   | 385 | 800                                   | 47,8      | 91,1      | 93                                  | 84      | 1,82           | 88,4   | 74,1  |
|               |    | 24 | 0,5   | 395 | 795                                   | 47,3      | 90,7      | 105                                 | 95      | 1,74           | 89,0   | 75,4  |
| 180           | 40 | 12 | 0,6   | 400 | 805                                   | 47,2      | 91,6      | 99                                  | 91      | 1,85           | 89,6   | 73,6  |
|               |    | 18 | 0,6   | 385 | 800                                   | 47,8      | 91,1      | 93                                  | 84      | 1,82           | 88,4   | 74,1  |
|               |    | 24 | 0,5   | 395 | 795                                   | 47,3      | 90,7      | 105                                 | 95      | 1,74           | 89,0   | 75,4  |
|               | 60 | 12 | 0,7   | 400 | 795                                   | 54,0      | 88,1      | 85                                  | 74      | 1,03           | 86,9   | 85,7  |
|               |    | 18 | 0,8   | 370 | 815                                   | 54,9      | 88,7      | 79                                  | 70      | 0,94           | 88,5   | 85,3  |
|               |    | 24 | 1,1   | 385 | 825                                   | 55,1      | 87,5      | 75                                  | 66      | 0,91           | 92,6   | 87,5  |

A, dosis de ácido sulfúrico; B, temperatura; C, tiempo.

c) Discusión.

i) Disolución del uranio. El análisis de los datos se ha basado en el análisis de la varianza de la pérdida de uranio en los residuos. Los resultados de este análisis se recogen en la tabla 12, y en ella se indican también los valores de los efectos significativos y el nivel de significación a que se presentan. De la consideración de esta tabla se deduce que tuvieron influencia significativa :

- la componente lineal del aumento de la dosis de ácido. El efecto medio para el paso entre los diferentes niveles fué una reducción de 10,7 g  $U_3O_8$ /t en las pérdidas de uranio en los residuos. El resultado del planteo muestra también que la hipótesis establecida según la cual la pérdida de uranio (u) está relacionada con la dosis de ácido por una función hipérbólica,

$$xu - ax - b = 0$$

se cumple,

- las pérdidas de uranio disminuyeron linealmente con la temperatura, aproximadamente 11,6 g  $U_3O_8$ /t por cada salto de 10 °C.

- también disminuyeron linealmente las pérdidas de uranio ( $\sim 1,7$  g  $U_3O_8$ /t) con la prolongación del tiempo de lixiviación en intervalos de 6 h.

- existió además una interacción entre las componentes lineales de la variación de la dosis de ácido y de la temperatura y que compensó ligeramente la acción de los componentes principales.

- no tuvieron influencia estadísticamente significativa los componentes de orden superior ni el resto de las interacciones.

La ecuación de respuesta, para la pérdida de uranio en los residuos (g  $U_3O_8$ /t), frente a los diferentes tratamientos, fué :

$$P = \bar{x} + \epsilon_{LA} \alpha + \epsilon_{LB} \beta + \epsilon_{LC} \gamma - \epsilon_{LA-LB} \alpha \beta$$

en donde  $\alpha$ ,  $\beta$  y  $\gamma$  están relacionados con el nivel medio de cada variable por :

Tabla 12. Análisis de la varianza de la pérdida de uranio en los residuos resultantes en el segundo planteo de lixiviación.

| Causa de la variación      | Grados de libertad | Suma de cuadrados | Cuadrado medio | Significación | Efecto |
|----------------------------|--------------------|-------------------|----------------|---------------|--------|
| <b>Efectos principales</b> |                    |                   |                |               |        |
| A, dosis de ácido          | (4)                | 6,898,4           | -              | -             | -      |
| lineal (LA)                | 1                  | 6,848,0           | 6,848,0        | 0,001         | -10,7  |
| cuadrático (QA)            | 1                  | 1,4               | 1,4            | -             | -      |
| cúbico (CA)(1)             | 1                  | 8,8               | 8,8            | -             | -      |
| cuarto 9º (QUA)(1)         | 1                  | 0,2               | 0,2            | -             | -      |
| B, temperatura             | (1)                | 4,080,0           | -              | -             | -      |
| lineal (LB)                | 1                  | 4,080,0           | 4,080,0        | 0,001         | -11,6  |
| C, tiempo                  | (2)                | 81,8              | -              | -             | -      |
| lineal (LC)                | 1                  | 57,8              | 57,8           | 0,1           | -1,7   |
| cuadrático (QC)            | 1                  | 24,0              | 24,0           | -             | -      |
| <b>Interacciones</b>       |                    |                   |                |               |        |
| A x B                      | (4)                | 177,2             | -              | -             | -      |
| LA x LB                    | 1                  | 144,2             | 144,2          | 0,01          | 1,5    |
| LB x QA                    | 1                  | 31,0              | 31,0           | -             | -      |
| LB x CA (1)                | 1                  | 0,0               | 0,0            | -             | -      |
| LB x QUA (1)               | 1                  | 2,0               | 2,0            | -             | -      |
| A x C                      | (8)                | 98,2              | -              | -             | -      |
| LA x LC                    | 1                  | 2,0               | 2,0            | -             | -      |
| LC x QA                    | 1                  | 7,9               | 7,9            | -             | -      |
| LC x CA (1)                | 1                  | 7,2               | 7,2            | -             | -      |
| LC x QUA (1)               | 1                  | 29,6              | 29,6           | -             | -      |
| QC x LA                    | 1                  | 8,0               | 8,0            | -             | -      |
| QC x QA (1)                | 1                  | 2,2               | 2,2            | -             | -      |
| QC x CA (1)                | 1                  | 1,4               | 1,4            | -             | -      |
| QC x QUA (1)               | 1                  | 39,9              | 39,9           | -             | -      |
| B x C                      | 2                  | 16,3              | -              | -             | -      |
| LB x LC                    | 1                  | 3,2               | 3,2            | -             | -      |
| LB x QC                    | 1                  | 13,1              | 13,1           | -             | -      |
| A x B x C                  | (8)                | 145,0             | -              | -             | -      |
| LA x LB x LC (1)           | 1                  | 38,0              | 38,0           | -             | -      |
| LA x LB x QC (1)           | 1                  | 16,9              | 16,9           | -             | -      |
| QA x LB x LC (1)           | 1                  | 19,4              | 19,4           | -             | -      |
| QA x LB x QC (1)           | 1                  | 0,1               | 0,1            | -             | -      |
| CA x LB x LC (1)           | 1                  | 1,2               | 1,2            | -             | -      |
| CA x LB x QC (1)           | 1                  | 0,2               | 0,2            | -             | -      |
| QUA x LB x LC (1)          | 1                  | 33,6              | 33,6           | -             | -      |
| QUA x LB x QC (1)          | 1                  | 35,6              | 35,6           | -             | -      |
| Residual (1)               | 17                 | 236,3             | 13,9           | -             | -      |

i) Residual formado por las interacciones de orden tres o de orden dos superiores a la combinación lineal x cuadrático.

ii) Valor mínimo (---) del cuadrado medio significativo a los niveles de :  
0,1 (42,1); 0,5 (61,9); 0,01 (116,8); 0,001 (218,5).

$$\alpha = \frac{(1/x) - 6,944 \cdot 10^{-3}}{6,944 \cdot 10^{-4}} \quad \text{donde } x \text{ en kg H}_2\text{SO}_4/\text{t}$$

$$\beta = (y - 50)/10 \quad \text{donde } y \text{ en } ^\circ\text{C}$$

$$\gamma = (z - 18)/6 \quad \text{donde } z \text{ en h}$$

Substituyendo, queda como ecuación de respuesta :

$$P = 102 + 10,7 \left[ \frac{(1/x) - 6,944 \cdot 10^{-3}}{6,944 \cdot 10^{-4}} \right] - 11,6 \left[ (y-50)/10 \right] - \\ - 1,7 \left[ (z-18)/6 \right] - 1,55 \left[ (y-50)/10 \right] \left[ \frac{(1/x) - 6,944 \cdot 10^{-3}}{6,944 \cdot 10^{-4}} \right]$$

Con esta ecuación de respuestas se puede calcular el resultado más probable para diferentes combinaciones de tratamiento. Esta ecuación se convertirá en la ecuación de una superficie en el espacio cuando se fije el valor de una variable. A título indicativo y tomando como constante el valor de tiempo (en 12 h), pues es el factor que influyó menos y además no interactuó con otros, resultó la superficie de respuesta de la figura 30 en la que se representan pérdidas de uranio frente a dosis y temperatura. En esta superficie se han extrapolado, con la ecuación de respuesta, las zonas de dosis baja de ácido y temperatura alta.

ii) Condiciones óptimas para la disolución del uranio. El análisis estadístico señaló los factores que fueron significativos y la magnitud y sentido de su efecto. Atendiendo a estos resultados, las menores pérdidas de uranio se tendrían para los niveles más altos de las variables ensayadas. Para determinar el óptimo técnico-económico hay que comparar el valor de la respuesta con lo que cuesta el tratamiento que ha dado origen a la misma. También se podría comparar la carga de respuesta y tratamiento, es decir el conjunto del coste de tratamiento más el valor atribuido a las pérdidas de uranio, frente a la variación de los diferentes factores. En esta comparación el tratamiento óptimo sería el que correspondiese al mínimo de la carga conjunta.

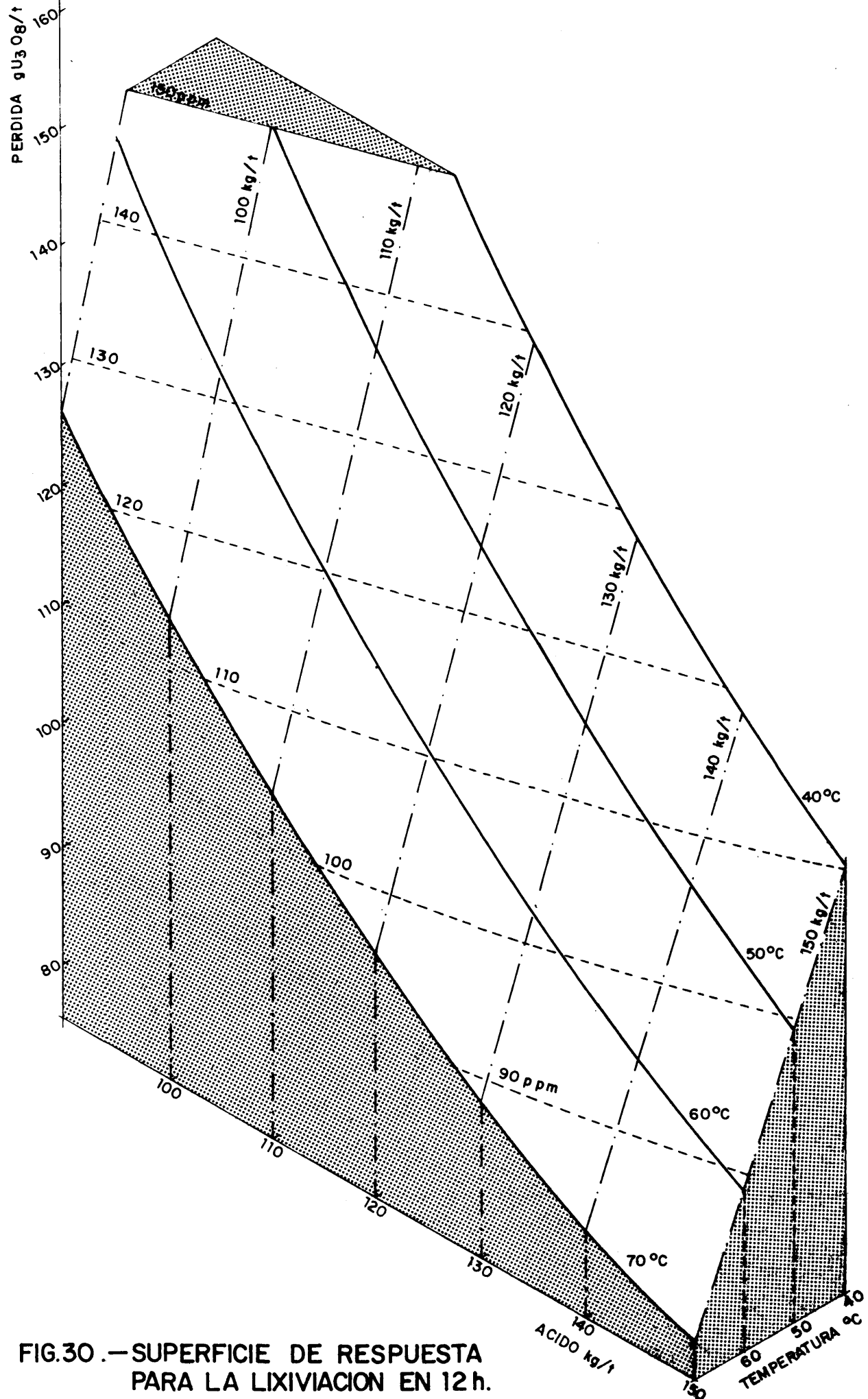


FIG.30.—SUPERFICIE DE RESPUESTA  
PARA LA LIXIVIACION EN 12 h.

Partiendo de esta idea, se ha hecho la aplicación a este problema. En la estimación de las respuestas más probables se ha hecho uso de la ecuación de respuestas a la lixiviación, aplicándola a la zona cubierta por la experimentación y extrapolando también, con reservas, fuera del campo experimental. Además se han considerado los supuestos de :

- los costes de tratamiento de un mineral de uranio (pta/t) dependen fundamentalmente del tipo de material y son prácticamente independientes de su ley en uranio.

- el coste de tratamiento para la comparación se puede basar exclusivamente en el de lixiviación más la repercusión directa en neutralización.

- como precio del ácido se tomó un valor de 2.000 pta/t.

- en la neutralización se supuso que se precipitaban todos los metales pesados y que la acidez total equivalente se correspondía con la dosis de ácido, se supuso que se requerían 0,6 kg de cal viva (95 % CaO) por kilogramo de ácido y que el precio de la cal era de 1.500 pta/t.

- en la calefacción de la pulpa (S/L = 1) se supuso que el calor específico del líquido era de 0,92 kcal/kg °C y el del mineral 0,25 kcal/kg °C. Se partió de la base de que la pulpa entraba en lixiviación a 15 °C. Como agente de calefacción se utilizaría vapor vivo a 160 °C ( $\sim 6,3$  kg/cm<sup>2</sup>). Se consideró como entalpía de dilución del sulfúrico un valor aproximado de 17,5 kcal/mol. Se despreciaron el calor de reacción y las pérdidas de calor. Como precio del vapor se tomaron 500 pta/t.

- para la agitación se partió de la potencia instalada en la Fábrica de Uranio de Andújar ( $38$  CV/ $30$  m<sup>3</sup> =  $1.266$  CV/m<sup>3</sup>) que, con un factor de carga del 80 % y referido a pulpa del 50 % en sólidos, sería 1,016 kw/t. Suponiendo un precio de aproximadamente 1 pta/kwh, las cargas por agitación durante diferentes tiempos serían :

12,2 pta/t (12 h); 18,3 pta/t (18 h) y 24,4 pta/t (24 h)

- no se ha considerado el valor de la inversión, pues se pretende aplicar a una fábrica existente que tiene un tiempo de retención aproximado de 15 h para su capacidad nominal.

- como precio del uranio (pts/kg  $U_3O_8$ ) se han considerado dos valores :

2.500 y 3.000

A partir de lo expuesto se vé que la consideración de la duración de la agitación fué de poco significado, pues :

- la reducción de pérdidas fué de 1,7 g  $U_3O_8$ /t, o de 4,25 pts/t o 5,1 pts/t para el salto entre nivel.
- el incremento de coste por salto de niveles de duración (6 h) sería de aproximadamente 6,1 pts/t y 6 h.

por consiguiente parece que habría que retener al nivel más bajo de los ensayados, es decir 12 h de agitación.

Realizando el cálculo de las cargas globales en lixiviación para diferentes dosis de ácido y temperaturas, resultaron las curvas de la figura 31. Del estudio de la misma se deduce :

- las cargas globales de lixiviación bajaron al trabajar a temperaturas más altas. En consecuencia habría que recomendar el trabajo a la temperatura más alta ensayada, es decir 60 °C, e incluso trabajar a temperatura superior si lo permitiese la calidad del equipo.

- la posición del mínimo de cargas frente a la dosis de ácido dependió de la temperatura y se desplazaba hacia dosis más altas a medida que la temperatura bajaba. Para una temperatura de trabajo de 60 °C se podría retener como dosis óptima la de 110 kg  $H_2SO_4$ /t. En el trabajo a 70 °C se podría bajar a 100 kg  $H_2SO_4$ /t.

- el precio del uranio influyó en la posición del mínimo, pues al pesar más el valor atribuido a las pérdidas se compensaba la carga debida al ácido y eran tolerables dosis más altas. Así para los dos casos citados antes los valores del mínimo correspondieron a 118,5 kg  $H_2SO_4$ /t para 60 °C, y a 110 kg  $H_2SO_4$ /t para 70 °C.

En resumen las condiciones óptimas técnico-económicas serían :



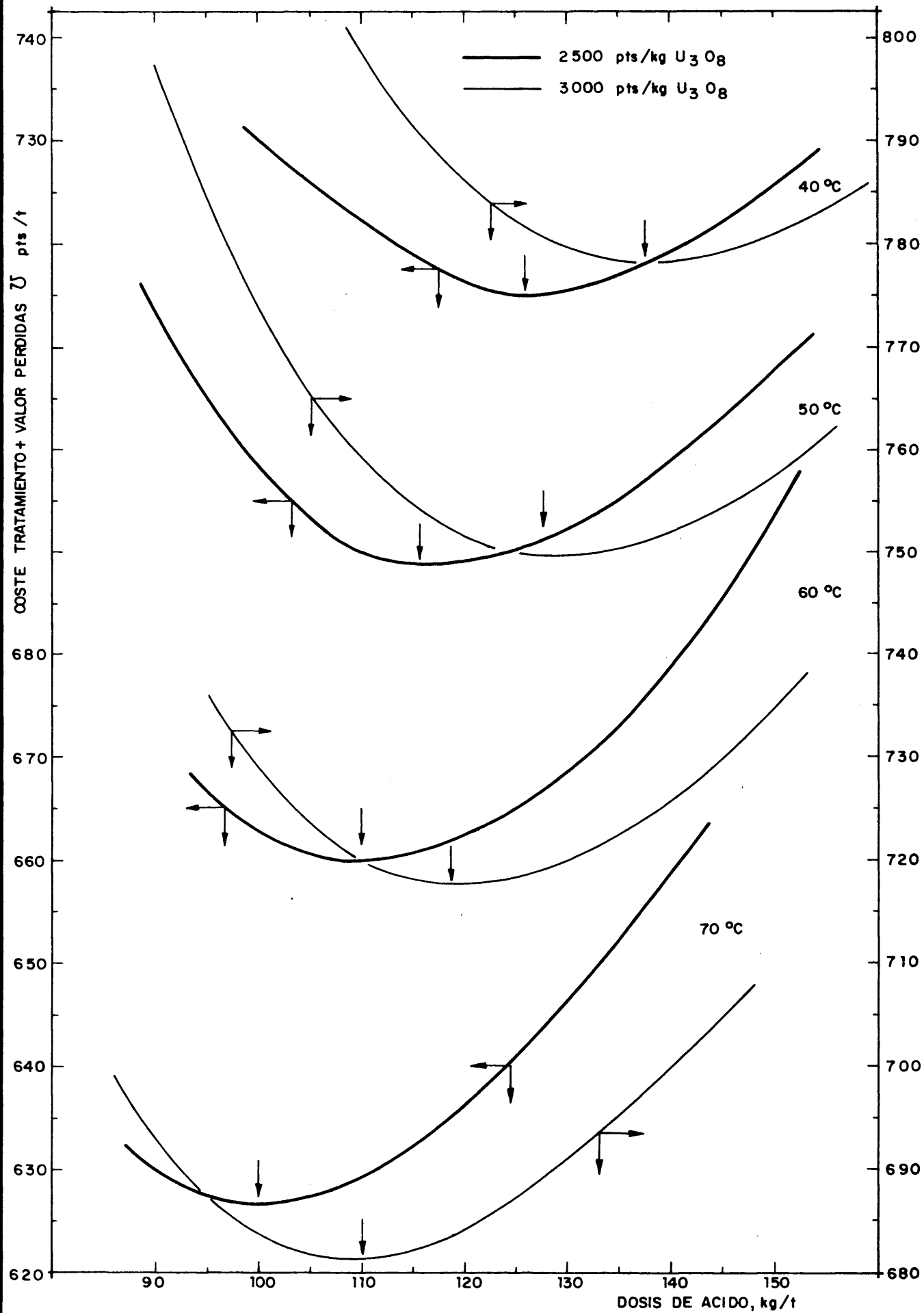


FIG.31 .— COSTE DE LIXIVIACION PARA 12h. DE ATAQUE

| Precio del uranio, pts/kg $U_3O_8$ | 2.500 | 3.000 |
|------------------------------------|-------|-------|
| A, dosis de ácido, kg/t            | 110   | 118,5 |
| B, temperatura, °C                 | 60    | 60    |
| C, tiempo, h                       | 12    | 12    |

Las pérdidas de uranio ( $g U_3O_8/t$ ) más probables para estas condiciones serían :

$$P_1 = 120 \quad \text{y} \quad P_2 = 112$$

La disolución de uranio (%) correspondiente a las pérdidas anteriores sería, respectivamente :

$$R_1 = 86,4 \quad \text{y} \quad R_2 = 87,3$$

iii) Disolución de cobre. La disolución de cobre estuvo comprendida entre el 70 y el 83 %. Para las condiciones óptimas de lixiviación de uranio sería de (%) :

$$R_1 = 75,5 \quad \text{y} \quad R_2 = 76,6$$

iv) pH. El pH de la pulpa al final del ataque tuvo valores comprendidos entre 0,4 y 1,2. Sobre su valor influyó, rebajándolo como es lógico, la dosis de ácido y la elevación de la temperatura que produjo un incremento en su magnitud.

v) Potencial redox. Los valores al final del ataque estuvieron comprendidos entre 360 y 410 mV correspondiendo las cifras más altas a las dosis elevadas de ácido.

vi) Disolución de impurezas. En los líquidos procedentes de ataque únicamente se analizaron impurezas a las 24 h y en la tabla 13 se indican los valores obtenidos. El contenido en cobre y en hierro de estos líquidos fué francamente alto. El cobre alcanzó valores equivalentes a 55 g Cu/l, o sea 66 veces más que la concentración de uranio.

La concentración de hierro total estuvo comprendida entre 12 y 32 g Fe/l, o sea entre 16 y 40 veces la de uranio. Una gran proporción, aproximadamente el 70 %, estuvo en forma ferrosa, y por ello no era de esperar una

Tabla 13. Composición de los líquidos resultantes de ataque.

| Variables                    |                          | Repli-<br>cado | Composición, g/l              |      |       |                  |                               |
|------------------------------|--------------------------|----------------|-------------------------------|------|-------|------------------|-------------------------------|
| A<br>Dosis de<br>ácido, kg/t | B<br>Tempera-<br>tura °C |                | U <sub>3</sub> O <sub>8</sub> | Ca   | Fe(t) | Fe <sup>2+</sup> | P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> |
| 120                          | 40                       | 1              | 0,75                          | 46,3 | 11,9  | 8,17             | 2,25                          |
|                              |                          | 2              | 0,76                          | 47,9 | 13,1  | 9,56             | 1,99                          |
|                              |                          | $\bar{x}$      | 0,75                          | 47,1 | 12,5  | 8,86             | 2,12                          |
|                              | 60                       | 1              | 0,78                          | 49,9 | 15,2  | 11,6             | 2,01                          |
|                              |                          | 2              | 0,76                          | 49,3 | 15,8  | 11,2             | 1,97                          |
|                              |                          | $\bar{x}$      | 0,77                          | 49,6 | 15,5  | 11,4             | 1,99                          |
|                              | 40                       | 1              | 0,75                          | 45,5 | 14,0  | 9,36             | 2,01                          |
|                              |                          | 2              | 0,78                          | 47,2 | 14,4  | 9,91             | 2,06                          |
|                              |                          | $\bar{x}$      | 0,77                          | 46,3 | 14,2  | 9,63             | 2,04                          |
| 131                          | 60                       | 1              | 0,81                          | 50,8 | 19,3  | 13,7             | 2,19                          |
|                              |                          | 2              | 0,79                          | 51,0 | 18,0  | 13,7             | 2,19                          |
|                              |                          | $\bar{x}$      | 0,80                          | 50,9 | 18,6  | 13,7             | 2,19                          |
|                              | 40                       | 1              | 0,72                          | 44,3 | 14,5  | 10,5             | 2,00                          |
|                              |                          | 2              | 0,76                          | 46,7 | 13,7  | 9,36             | 2,14                          |
|                              |                          | $\bar{x}$      | 0,74                          | 45,5 | 14,1  | 9,9              | 2,07                          |
|                              | 60                       | 1              | 0,80                          | 51,2 | 22,9  | 16,3             | 2,28                          |
|                              |                          | 2              | 0,78                          | 51,0 | 20,5  | 14,3             | 2,36                          |
|                              |                          | $\bar{x}$      | 0,79                          | 51,1 | 21,7  | 15,3             | 2,32                          |
| 144                          | 40                       | 1              | 0,81                          | 47,4 | 17,6  | 10,3             | 2,36                          |
|                              |                          | 2              | 0,78                          | 48,1 | 16,4  | 10,8             | 2,42                          |
|                              |                          | $\bar{x}$      | 0,79                          | 47,7 | 18,0  | 10,5             | 2,38                          |
|                              | 60                       | 1              | 0,82                          | 51,8 | 25,7  | 18,1             | 2,62                          |
|                              |                          | 2              | 0,79                          | 54,0 | 26,7  | 18,7             | 2,67                          |
|                              |                          | $\bar{x}$      | 0,81                          | 52,4 | 26,2  | 18,4             | 2,64                          |
|                              | 40                       | 1              | 0,78                          | 47,1 | 21,4  | 10,3             | 2,61                          |
|                              |                          | 2              | 0,81                          | 47,6 | 20,9  | 10,5             | 2,65                          |
|                              |                          | $\bar{x}$      | 0,80                          | 47,4 | 21,1  | 10,4             | 2,63                          |
| 180                          | 60                       | 1              | 0,84                          | 55,1 | 32,2  | 21,3             | 3,03                          |
|                              |                          | 2              | 0,81                          | 55,2 | 32,4  | 21,8             | 2,96                          |
|                              |                          | $\bar{x}$      | 0,82                          | 55,2 | 32,3  | 21,5             | 3,00                          |

incidencia perjudicial en el proceso de recuperación del uranio de los líquidos. La disolución del hierro aumentó tanto con la dosis de ácido como con la elevación de la temperatura, además de existir una interacción positiva de ambas variables.

Las pérdidas de uranio en los residuos estuvieron relacionados con la concentración de hierro en los líquidos. En la figura 32 se indica la recta teórica y los puntos experimentales. La correlación fué altamente significativa (nivel 0,001) lo que parece indicar la existencia de una asociación entre el uranio y el hierro. La ecuación de la recta de regresión fué :

$$y = 158,3 - 2,99 x$$

en donde,

$$\begin{aligned} y &= \text{pérdida de uranio en residuos, g U}_3\text{O}_8/\text{t} \\ x &= \text{hierro disuelto, kg Fe/t} \end{aligned}$$

o sea que a medida que se disolvía más hierro se tenían menores pérdidas de uranio.

La concentración de fósforo en los líquidos de lixiviación corresponde a la de líquidos típicos de ataque de minerales graníticos. Estuvo comprendida entre 2 y 3 g  $\text{P}_2\text{O}_5/\text{l}$ .

### 6.3.3. Comparación de los diagramas A y B.

La comparación de ambos diagramas a la escala de laboratorio y sobre la base de las operaciones de lixiviación y de flotación, habría que hacerla considerando el uranio y el cobre. Resumiendo lo referente a ambos diagramas, resulta que :

#### a) Uranio.

El diagrama A, con flotación previa, interesaría realizarlo en la versión que lixiviasse la mezcla de productos : estériles de flotación y concentrados de flotación tostados. El resultado a esperar sería una solubilización del 83,4 % del uranio. Esto exigiría :

- tostar los concentrados a 450 °C,
- lixiviar con 129 kg  $\text{H}_2\text{SO}_4/\text{t}$  de mineral original,
- agitar durante 12 h, y
- a una temperatura de 45 °C.

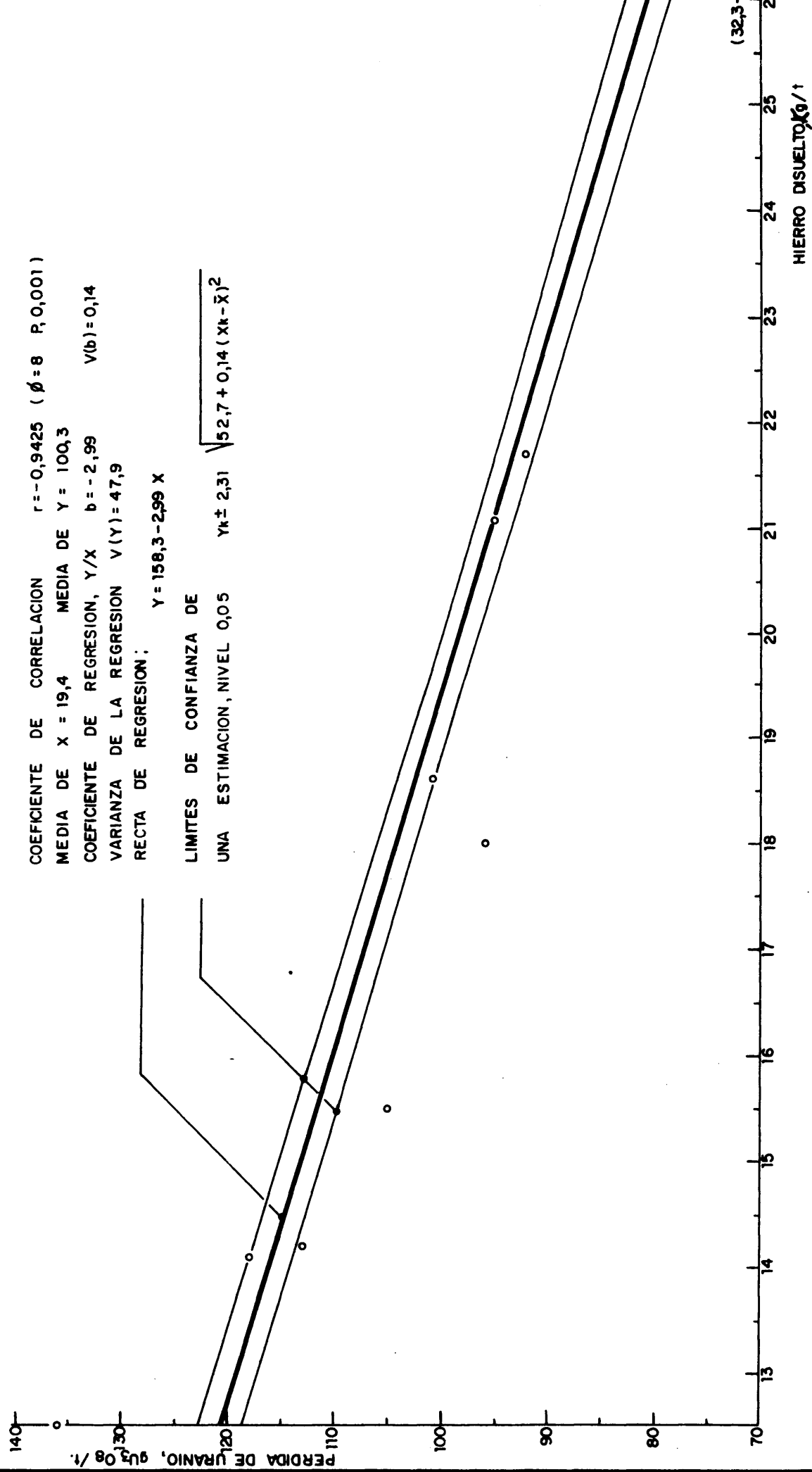


FIG.32.-RELACION ENTRE EL HIERRO DISUELTO Y LA PERDIDA DE URANIO.

El diagrama B, con lixiviación directa del todo uno y empleando las mismas condiciones de ataque que el diagrama A, extraería al 86,3 % del uranio. La extracción del uranio subiría al 88,4 % si se elevase la temperatura de ataque a 80 °C y se mantuviesen las restantes condiciones como para el diagrama A.

b) Cobre.

El diagrama A permitiría una solubilización del 81,5 % del cobre presente en el mineral original. Suponiendo un 95 % de recuperación para cementación, el rendimiento total sería del 77,5 %.

En el diagrama B se disolvería aproximadamente un 73,1 % del cobre en el trabajo a baja temperatura y un 78,9 % si se lixiviaba a 80 °C. En consecuencia quedarían en los residuos del 26,9 % al 21,1 % del cobre; este material se sometería a flotación para recuperar el cobre en el concentrado. Suponiendo unos rendimientos del 95 % para la cementación y del 80 % para la flotación, el cobre recuperado de los líquidos sería al 69,4 % ó al 74,9 %, mientras que de los residuos se recuperaría el 21,5 % ó al 16,9 %. En total el cobre recuperado con esta variante sería al 90,9 % ó al 91,8 %, según tratamiento.

c) Resumen.

Operacionalmente el proceso A requeriría condiciones algo más suaves de lixiviación pero exigiría, por el contrario, una tostación. Daría recuperaciones ligeramente menores de uranio que el proceso B, y valores mucho más bajos para la recuperación de cobre.

De acuerdo con lo anterior, aunque ambos procesos son muy semejantes, parece que interesaría seguir con el proceso B profundizando en el estudio de las restantes etapas.

#### 6.4. Decantación Ácida.

Los ensayos se dirigieron a determinar las características de sedimentación y espesamiento de las suspensiones de sólidos resultantes del ataque. Antes (6.3.2) se han establecido como condiciones óptimas de ataque que unas combinaciones relativamente suaves excepto en lo que a temperatura se refiere. No obstante, desde un punto de vista de la separación sólido-líquido se trató de forzar algo la dosificación de ácido a fin de ver si tenía un efecto perjudicial, así como también la duración del ataque. Simultáneamente se estudió el efecto de temperaturas más suaves y tiempos más cortos. En consecuencia se prepararon pulpas atacadas en las condiciones :

- a) dosis de ácido 125 kg/t, temperatura 50 °C y tiempo 12 h
- b) dosis de ácido 125 kg/t, temperatura 40 °C y tiempo 18 h
- c) dosis de ácido 150 kg/t, temperatura 50 °C y tiempo 12 h
- d) dosis de ácido 150 kg/t, temperatura 50 °C y tiempo 6 h

También se consideró como variable la influencia de la adición de floculante (separán) a dosis diversas (g/t),

0            40            y            80

Las respuestas consideradas fueron la limpieza de los líquidos sobrenadantes, las necesidades de área unitaria y la consistencia de la descarga.

Los resultados obtenidos se indican en la tabla 14. En la figura 33 se recoge la representación de los datos para la pulpa más fácil, así como las construcciones necesarias para la obtención del área unitaria. La claridad de los líquidos únicamente fué aceptable en aquellos que resultaron de los ensayos de decantación con adición de dosis altas de floculante.

En la tabla 14 se indican los tiempos correspondientes al punto crítico ( $t_c$ ) y el de dimensionado del área unitaria ( $t_u$ ). El área unitaria se calculó a partir de este último por la fórmula,

$$A = 69,4 \quad (t_u/CdH_0)$$

en donde los símbolos tienen el mismo significado que el que se les asignó antes (6.2).







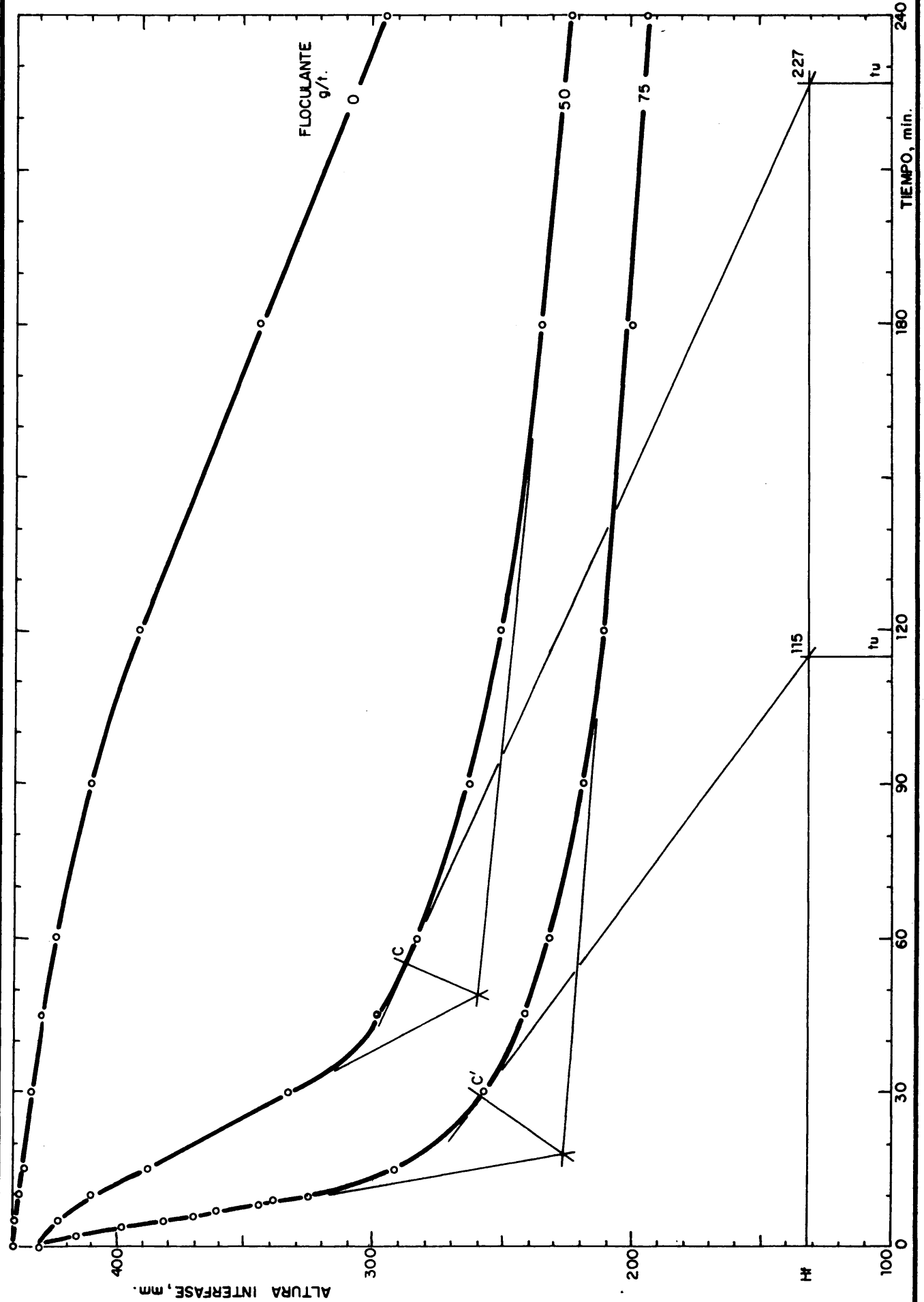


FIG.33-SEDIMENTACION DE PULPAS ATACADAS 6h.

Considerando los datos de la parte inferior de la tabla 14, se vé que las áreas unitarias obtenidas sin floculante o con dosis moderadas (40 g/t) fueron excesivamente altas ( $> 2 \text{ m}^2/\text{t/d}$ ) y hubo que aumentar la dosis de floculante a valores del orden de 80 g/t a fin de alcanzar áreas prácticas (0,8 - 1,5  $\text{m}^2/\text{t/d}$ ).

La concentración de sólidos en las descargas también se vió afectada por la presencia de floculante. En general fueron bajas y con tendencia a aumentar cuando se agregaba floculante en dosis altas. Despreciando en primera aproximación la influencia del origen de la pulpa, los valores medios resultantes para cada dosificación de floculante fueron :

36,6 %, sin flocul.; 39,3 %, con 40 g/t y 43,3 %, con 80 g/t

En una operación continua y con profundidades de pulpa altas, así como con la presencia de rastrillos rompedores de puentes, se podrían seperar valores más altos, del orden del 50 %.

Las condiciones de ataque parecieron afectar a las respuestas. A continuación se recogen los valores fundamentales para los cuatro tratamientos. Los datos corresponden a los ensayos con 80 g/t de separaran :

| Tiempo<br>h | Acido<br>kg/t | Temperatura<br>°C | A unitaria<br>$\text{m}^2/\text{t/d}$ | Descarga<br>% pp |
|-------------|---------------|-------------------|---------------------------------------|------------------|
| 6           | 150           | 50                | 0,80                                  | 44,3             |
| 12          | 125           | 50                | 0,79                                  | 44,1             |
| 12          | 150           | 40                | 0,87                                  | 42,9             |
| 18          | 125           | 40                | 1,48                                  | 41,8             |

De acuerdo con estos datos parece que los tiempos de ataque cortos (6 - 12 h) no tuvieron gran influencia sobre las necesidades de área (0,8 - 0,9  $\text{m}^2/\text{t/d}$ ). Pero la prolongación a 18 h requirió el doble de área unitaria.

La dosis de ácido debía influir algo, pues resultaron áreas más altas ( 9 %) para el nivel superior de ácido. La temperatura no parecía que tuviese influencia.

Las descargas logradas con 80 g/t de floculante siguieron una pauta parecida a las necesidades de área, pues los resultados peores (descargas más bajas) correspondieron a las condiciones que sedimentaban peor. Las concentraciones más altas (44,1-44,3 %) correspondieron a las condiciones de ataque más suaves. Las peores (41,8 %) fueron las resultantes del tiempo de ataque largo.

Resumiendo, se puede concluir que :

- las pulpas lixiviadas sedimentaban peor que las suspensiones sin atacar,
- fué necesario el empleo de floculante en cantidades del orden de 80 g/t.
- las condiciones de ataque influyeron en el comportamiento de las pulpas, perjudicando la sedimentación y espesamiento, al empleo de dosis altas de ácido y sobre todo la prolongación de la duración del ataque por encima de 12 h.

### 6.5. Recuperación del uranio de los líquidos.

Esta operación se enfocó desde el punto de vista de cambio de ión, ya que aunque algunos colegas estudiaron la extracción con aminas, no se consideró oportuno su estudio aquí a causa de que la fábrica tenía un circuito de cambio de ión.(188).

El estudio de esta operación se hizo de forma muy somera y únicamente se tuvo en cuenta :

- la preparación de la solución,
- la carga a dos valores de pH,
- la elución con eluyente nitrato y utilizando dos resinas, y
- la precipitación de los concentrados a partir de los eluidos medios.

### 6.5.1. Cambio de ión.

#### a) Ajuste de pH.

Los líquidos resultantes de la lixiviación y reparación sólido-líquido tenían un pH relativamente bajo  $\leq 1,3$  y para cambio de ión intersaba elevar sus valores al intervalo de 1,6 á 1,8. El primer valor presentaría la ventaja de que el uranio reciclado con las tortas de cal sería bajo y el inconveniente de que la capacidad de las resinas se resentiría por la mayor competencia del bisulfato. El valor de 1,8 sería más adecuado para la fijación del uranio pero seguramente habría que reciclar más uranio a ataque con la torta de cal.

Utilizando una solución cuya composición (g/l) era :

$U_3O_8$  (0,237);  $SO_4$  (26,0);  $P_2O_5$  (0,56) y  $Fe(t)$  (3,11)

se ensayó la neutralización parcial con lechada de cal al 10 % y hasta valores de pH de 1,6 y 1,8.

En el ajuste a pH 1,6 resultó un líquido de composición (g/l) :

$U_3O_8$  (0,191);  $SO_4$  (12,3);  $P_2O_5$  (0,38) y  $Fe(t)$  (2,37)

aparecieron unos 7,5 g sólidos/l con una ley, sobre base seca, de 0,121 %  $U_3O_8$ . El uranio reciclado con la torta de cal suponía, en consecuencia, el 4,5 % de la alimentación.

Si el ajuste se hacía a pH 1,8 se tenía un líquido de :

$U_3O_8$  (0,189);  $SO_4$  (16,2);  $P_2O_5$  (0,254) y  $Fe(t)$  (2,51)

Los sólidos producidos eran 8,7 g/l y su ley de 0,305 %  $U_3O_8$ ; el reciclado de uranio equivalía al 12,9 %.

#### b) Carga.

Utilizando los líquidos anteriores, se realizaron experiencias de carga con resina Zerolit FF siguiendo el procedimiento experimental indicado anteriormente. La variable ensayada fué el pH en la solución de carga, considerando los niveles 1,6 y 1,8.

Como resumen de los resultados se puede indicar que :

- los efluentes y, en consecuencia, la recuperación fueron prácticamente iguales en ambos casos, con valores de  $\sim 1$  mg  $U_3O_8$ /l y de  $\sim 99$  %.

- el punto de ruptura se alcanzó antes en la solución de carga a pH bajo, con  $\sim 150$  l de alimentación por litro de lecho (l.r.h.) en lugar de 240 l/l.r.h. a pH 1,8.

- la capacidad referida a uranio eluido fué mayor, un 13 %, a pH 1,8 que a pH 1,6 con valores de 46,0 g  $U_3O_8$ /l.r.h., frente a 52,0 g  $U_3O_8$ /l.r.h. Estos valores fueron más bajos que los que se obtenían para otros minerales de uranio (203) posiblemente porque en este caso los líquidos eran pobres en uranio y ricos en impurezas, hierro y sulfatos.

#### c) Elución.

La elución practicada con nitrato 1,1 N en  $NO_3$  acidulado (0,3 N  $HNO_3$ ) se realizó relativamente bien, aunque dió eluidos, para precipitación algo pobres, 9,8-9,9 g  $U_3O_8$ /l. Estos valores procedían de la baja capacidad de la resina pues las curvas fueron relativamente cerradas, y pasarían a precipitación solo de 4,0 á 4,5 volúmenes de lecho.

#### d) Influencia de la resina.

Considerando que la resina podría ser inadecuada para estos líquidos, se volvieron a hacer otros ensayos con otra resina comercial, la Amberlita IRA-400. Los resultados obtenidos fueron prácticamente los mismos que para la Zerolit FF. En la tabla 15 y en la figura 34 se recogen los resultados de la elución y se ve que para ambas resinas el primer medio volumen de lecho del eluido, con  $\sim 0,1$  g  $U_3O_8$ /l, habría que devolverlo a la solución de carga reciclando el  $\sim 0,1$  % del uranio eluido. El corte, por la parte de atrás de la curva, entre eluido a precipitar o a reciclar, estaría entre los volúmenes 4,5 y 5,0 con lo que el uranio que iría a precipitación sería el  $\sim 95$  % y se reciclaría a la elución siguiente el 5 %.

Tabla 15 . Resultados de la elución de resinas de cambio de ión.

| Eluido<br>V.L.<br>(a) | RESINA  |  |   |  |
|-----------------------|---|--|---|--|
|                       | Zerolit FF  |  | Amberlite IRA-400   |  |
|                       | Concentración<br>del eluido<br>g U <sub>3</sub> O <sub>8</sub> /l | Recuperación<br>acumulada del<br>total % | Concentración<br>del eluido<br>g U <sub>3</sub> O <sub>8</sub> /l | Recuperación<br>acumulada del<br>total % |
| 0,5                   | 0,09  | < 0,09                                   | 0,12  | 0,13                                     |
| 1,0                   | 3,44  | 3,94                                     | 1,19  | 1,44                                     |
| 1,5                   | 13,20   | 18,30                                    | 13,80   | 16,70                                    |
| 2,0                   | 20,60   | 40,60                                    | 21,60   | 40,60                                    |
| 2,5                   | 18,20   | 58,20                                    | 18,00   | 60,80                                    |
| 3,0                   | 12,00   | 71,30                                    | 14,80   | 75,90                                    |
| 3,5                   | 9,60  | 81,80                                    | 8,76  | 88,40                                    |
| 4,0                   | 6,40  | 88,60                                    | 5,36  | 92,50                                    |
| 4,5                   | 4,10  | 93,00                                    | 3,30  | 96,00                                    |
| 5,0                   | 2,60  | 96,30                                    | 1,80  | 97,10                                    |
| 5,5                   | 1,40  | 97,60                                    | 1,00  | 98,21                                    |
| 6,0                   | 0,78  | 98,50                                    | 0,59  | 98,87                                    |
| 6,5                   | 0,40  | 99,10                                    | 0,34  | 99,28                                    |
| 7,0                   | 0,32  | 99,37                                    | 0,20  | 99,47                                    |
| 7,5                   | 0,20  | 99,59                                    | 0,15  | 99,63                                    |
| 8,0                   | 0,11  | 99,72                                    | 0,10  | 99,74                                    |
| 8,5                   | 0,08  | 99,81                                    | 0,07  | 99,83                                    |
| 9,0                   | 0,06  | 99,87                                    | 0,06  | 99,89                                    |
| 9,5                   | 0,05  | 99,94                                    | 0,06  | 99,94                                    |
| 10,0                  | 0,05  | 100,00                                   | 0,06  | 100,00                                   |

(a) Unidad de medida el volumen de lecho de resina húmeda

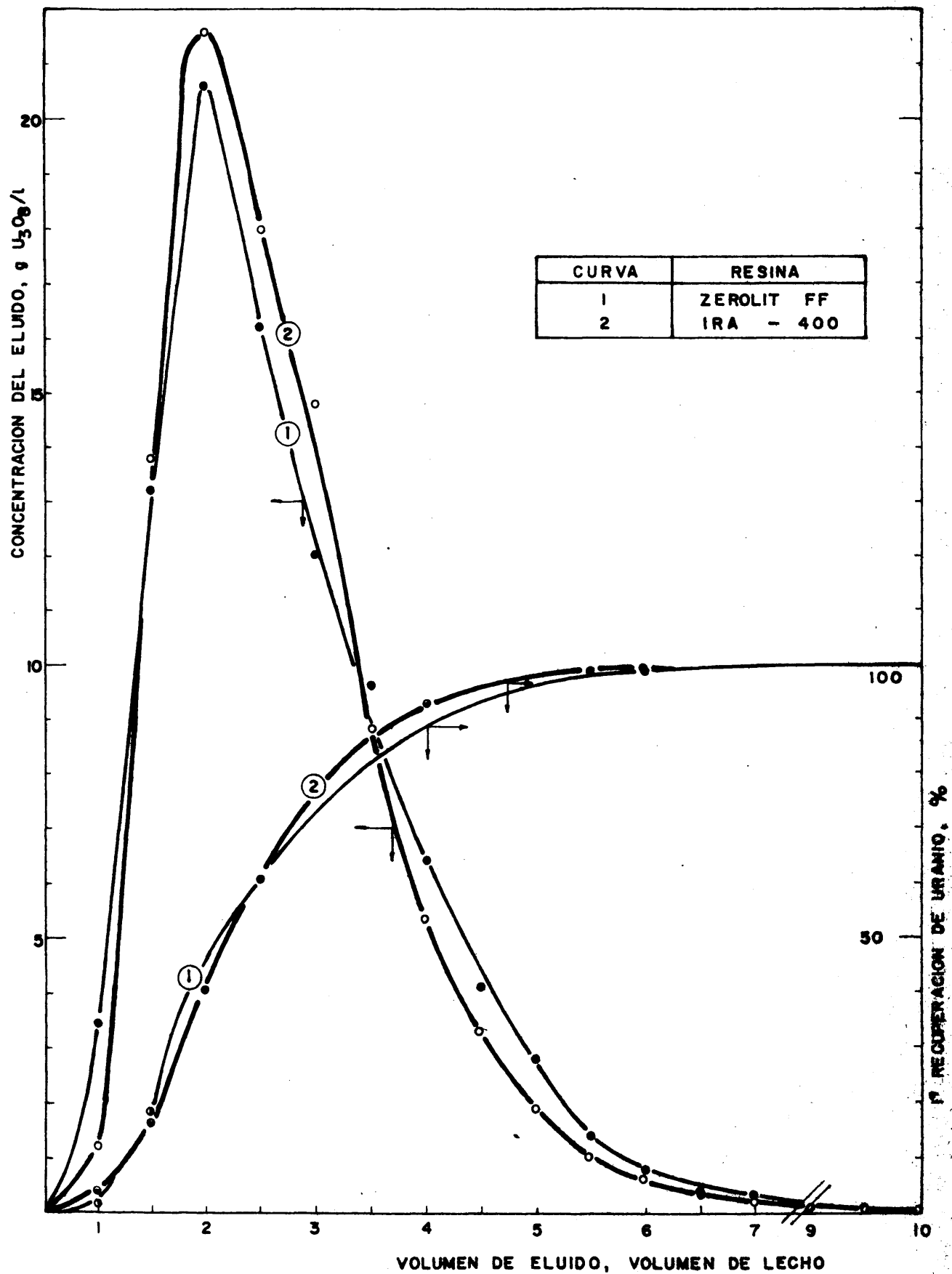
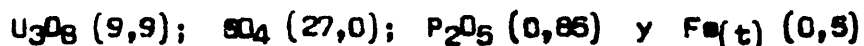


FIG.34.— CURVAS DE ELUCION DE URANIO.



### 6.5.2. Precipitación.

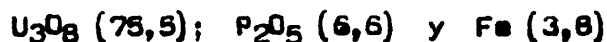
El eluido medio para precipitación tuvo una composición (g/l) aproximada de :



La composición del concentrado resultante de la precipitación en una etapa utilizando lejía de sosa al 30 % se podría calcular a partir de la relación encontrada por Estrada y Uriarte ( ) según la cual :

$$\text{U}_3\text{O}_8 (\%) + \text{P}_2\text{O}_5 (\%) + \text{Fe} (\%) = 86,0$$

Aplicada a este problema daría la máxima ley obtenible para el concentrado en una operación de este tipo. De acuerdo con la misma resultaría un concentrado cuya composición probable (%) sería :



Este producto tendría una ley alta en fosfatos y estaría rozando el límite inferior de la especificación del uranio. En consecuencia sería más seguro recurrir a una operación de neutralización en dos fases, una primera hasta pH 3,0 y otra segunda hasta pH 7,0.

En la neutralización en dos etapas se produce primero la precipitación de todo el hierro y también de todos los fosfatos. También se arrastra algo de uranio, la cantidad que se pierde es función de la relación molar  $\text{Fe}^{3+}/\text{PO}_4$ . A fin de que esta cantidad sea lo más pequeña posible, interesa ( 67 ) que el valor de esa relación sea del orden de 2,0. Caso que sea inferior conviene agregar una sal de hierro a fin de complementar el hierro existente y llegar a la cantidad deseada. El aporte se puede hacer en forma de sal ferrosa, que se oxidaría en el medio nítrico del eluyente; no obstante la adición debe ser en forma diluida, pues si es concentrada se forma un complejo estable del hierro ferroso que no se oxida ( 232 ).

La relación molar hierro/ fosfato existente en este problema era de :

$$M = ([\text{Fe}] / [\text{PO}_4]) = (0,089 / 0,059) = 1,51$$

inferior a la deseada de 2,00 por ello se agregaron 0,49 g  $\text{Fe}^{2+}/\text{l}$  como  $\text{SO}_4\text{Fe} \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  disueltos en agua, en concentración de 1 g  $\text{Fe}^{2+}/\text{l}$ , y después de calentar la solución a 40 °C. La oxidación del hierro se siguió por medida del potencial redox, Pt-Calomelanos, y se podría considerar completa ( $E = -700 \text{ mV}$ ) a los 20 min.

El líquido resultante se neutralizó parcialmente con sosa de 300 g  $\text{NaOH}/\text{l}$ , agregados en 2:30 (h:min), con agitación constante hasta alcanzar el pH de 3,0. La pulpa se dejó sedimentar una noche, el líquido se decantó, a continuación se filtró el concentrado y se lavó sobre el filtro. Luego el concentrado se secó hasta peso constante y se analizó para uranio. Resultó un producto con una ley de 1,9 %  $\text{U}_3\text{O}_8$ , las pérdidas de uranio correspondientes fueron del 3,5 %. El líquido filtrado se analizó para ver su contenido en fosfatos y en hierro; la concentración del primero fue inferior a los 5 mg  $\text{P}_2\text{O}_5/\text{l}$  y la del segundo del orden de 30 mg  $\text{Fe}/\text{l}$ .

Las aguas de lavado se juntaron a las aguas madres de la primera precipitación. Luego se continuó la neutralización hasta pH 7,0, siguiendo con el empleo de solución de sosa de 300 g  $\text{NaOH}/\text{l}$ . La operación se realizó a 30 °C. La adición de sosa y la agitación duró 4 h. El precipitado se dejó decantar y luego se filtró y lavó. El producto resultante fueron 11,35 g/l de sólidos con una ley del 84,3 %  $\text{U}_3\text{O}_8$ . Las aguas madres tuvieron 7 mg  $\text{U}_3\text{O}_8/\text{l}$ . La recuperación total de uranio en el concentrado referida a la cantidad aportada por el aluido, fue de 96,5 %. Este concentrado tenía menos del 0,1 % de fosfatos y de hierro.

### 6.5.3. Resumen.

Resumiendo, los hechos referentes a la recuperación del uranio de los líquidos, se puede concluir que :

- el ajuste de pH interesa realizarlo a un valor relativamente bajo, 1,6.
- esto lleva consigo un sacrificio ( $\sim 12\%$ ) en la capacidad de la resina
- no se encontró diferencia prácticamente apreciable entre las resinas, Zerolitt FF y la IRA-400.

- en elución con nitratos se podía recuperar como extracto a precipitación de 4 á 4,5 volúmenes de lecho, que representaban aproximadamente el 95 % del uranio en la resina.

- el eluido a precipitar era relativamente bajo 9,8-9,9 g  $U_3O_8$ /l, lo que suponía un factor de concentración de 41,5 veces.

- la precipitación del eluido en una sola etapa daría concentrados pobres ( 75 %  $U_3O_8$ ) y ricos en fosfatos.

- interesa realizar la precipitación en dos etapas.

- para reducir las pérdidas de uranio en la primera fase (pH 3) hay que agregar sulfato ferroso ( 0,49 g Fe/l) en forma diluida ( $\leq 1$  g  $Fe^{2+}$ /l) que se oxida en el medio nítrico. En estas condiciones precipitó el 3,5 % del uranio que habría que reciclar.

- en la segunda fase de precipitación (pH 3 á pH 7) se alcanza un producto de alta ley (84,3 %  $U_3O_8$ ) con poco hierro y fosfatos.

#### 6.6. Recuperación del cobre de los líquidos.

El efluente de las columnas de cambio de ión contenía del orden de 1 mg  $U_3O_8$ /l y concentraciones de cobre semejantes a las de alimentación, 5-12 g Cu/l. Este cobre se podía recuperar por cementación con chatarra de hierro. En estudios anteriores ( 189 ) se había visto que cuando se agitaba la solución a cementar, frente a una masa laminar de hierro, se obtenía una relación entre las concentraciones de cobre en el líquido y el tiempo de reacción que se podía resumir en la ecuación,

$$t = 80,4 (C_0 - C_t) + 63 \lg (C_0/C_t)$$

donde,

t = tiempo de reacción en min.

$C_0$  = Concentración inicial, mol Cu/l

$C_t$  = Concentración en el tiempo t, mol Cu/l

En esta investigación se trató de estudiar la concentración en lecho

estático, equivalente a una operación de canaleo, por considerarla de una aplicación más fácil para una instalación industrial. Se trabajó con columnas de un litro, llenas con recortes de chapa. Con líquidos de alimentación tenían entre 6,18 g Cu/l y 6,50 g Cu/l; se consideraron como variantes :

- el pH de la alimentación, 1,6 y 1,8
- el tiempo de retención, 1, 2, 3 y 4 h

En los líquidos se controló el valor del pH, su ley en cobre y en hierro total y en la alimentación también la concentración en hierro ferroso.

Los resultados se indican en la tabla 16 y en la figura 35. En esta última figura se han representado también los resultados teóricos que hubiesen sido de esperar para un ensayo con agitación, los datos se han calculado aplicando la ecuación citada anteriormente. Como comentario a estos datos se puede agregar :

a) La cementación en columnas transcurrió mucho más lentamente que la que se podía esperar por ensayos de agitación. Para obtener resultados prácticos, rendimientos superiores al 90 %, había que proporcionar retenciones comprendidas entre 3 y 4 h. Con agitación se requerirían 70 min.

b) El valor del pH en la solución original influyó en la velocidad de cementación, aunque al final se llegó al mismo rendimiento. Los líquidos más ácidos tuvieron velocidades mayores.

c) El valor del pH a lo largo de la cementación fué aumentando debido al desprendimiento de hidrógeno. La evolución al principio fué lenta posiblemente porque la disolución del hierro era debida fundamentalmente al depósito del cobre que estaba en concentración alta.

d) Comparando el consumo de hierro con el que hubiese sido de esperar a base del cobre cementado se ve que el exceso requerido aumentó con el progreso del tiempo, posiblemente porque fué teniendo más importancia la descarga del ión hidrógeno. Los últimos puntos en que casi no hubo variación, no merecen confianza pues se observaba el depósito de sales básicas y posi-

Tabla 16. Resultados de los ensayos de cementación en el laboratorio sobre lechos estáticos.

|   |  | Tiempo de retención, min |      |      |      |      |      |
|---|--|--------------------------|------|------|------|------|------|
|   |  | 60                       | 120  | 180  | 240  | 300  | 360  |
| ALIMENTACION                                |  |                          |      |      |      |      |      |
| pH  |  | 1,6                      |      |      |      |      |      |
|   |  | 1,8                      |      |      |      |      |      |
| Cu, g/l                                     |  | 6,21                     | 6,30 | 6,18 | 6,25 | 6,52 | 6,30 |
| Fe(t), g/l                                  |  | 1,32                     | 1,24 | 1,53 | 1,80 | 1,18 | 1,70 |
| Fe <sup>2+</sup> , g/l                      |  | 0,86                     | 0,84 | 0,97 | 0,98 | 0,74 | 1,05 |
| DESCARGA                                    |  |                          |      |      |      |      |      |
| pH  |  |                          |      |      |      |      |      |
| Cu, g/l                                     |  | 1,8                      | 2,3  | 2,7  | 2,9  | 2,1  | 3,0  |
| Fe(t), g/l                                  |  | 2,50                     | 1,32 | 0,75 | 0,40 | 3,25 | 0,44 |
|   |  | 5,07                     | 6,33 | 7,34 | 7,92 | 4,47 | 7,94 |
| CEMENTO, %                                  |  |                          |      |      |      |      |      |
| Ley Cu                                      |  | 71,5                     | 72,1 | 70,9 | 69,8 | 72,0 | 69,2 |
| Recuperación                                |  | 88,7                     | 79,0 | 87,9 | 93,6 | 80,1 | 93,0 |
| HIERRO EN LIQ.<br>MENOS ALIM/ESTQ.<br>COBRE |  | 1,08                     | 1,12 | 1,16 | 1,17 | 1,07 | 1,15 |

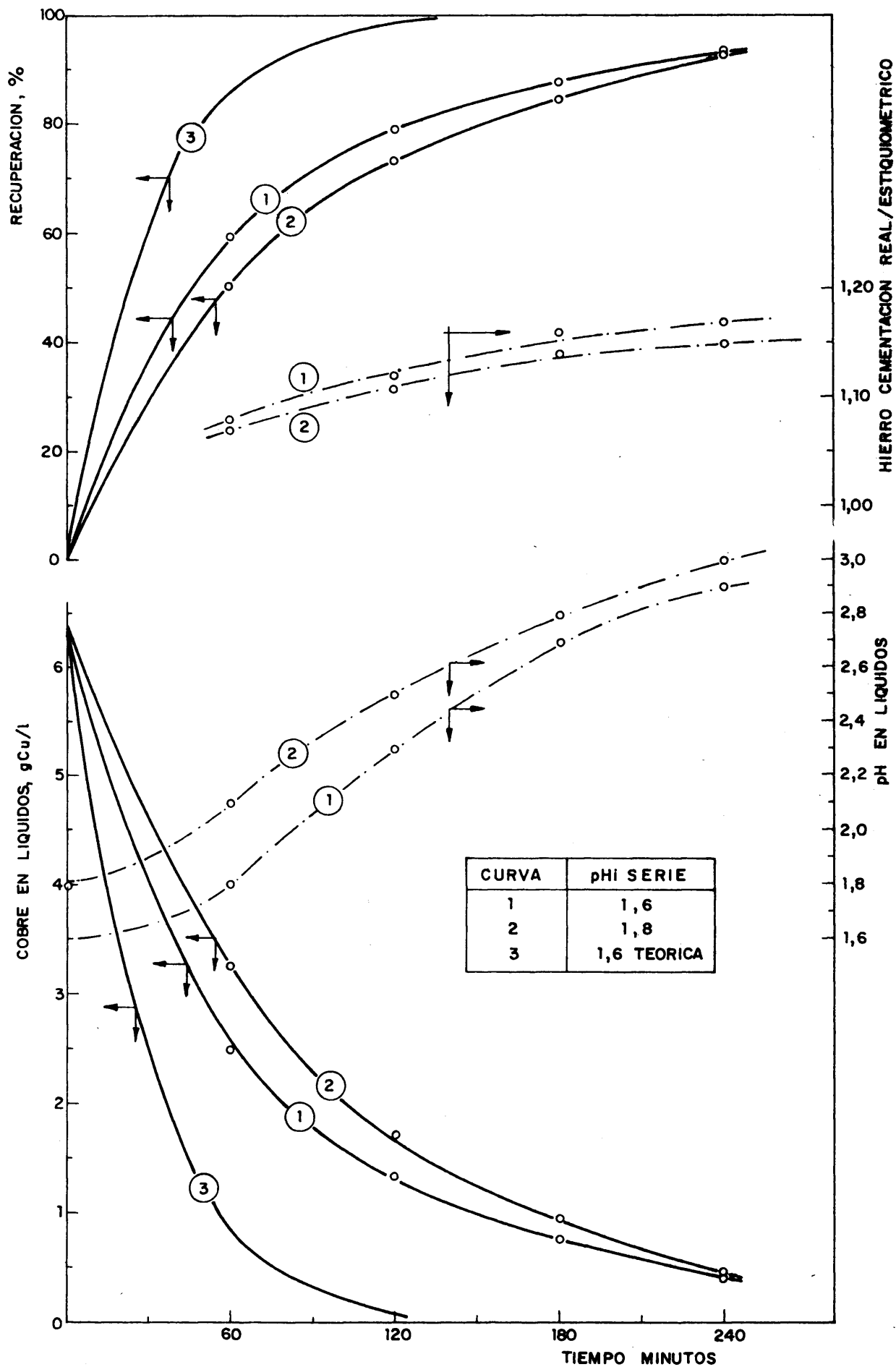


FIG.35.-CEMENTACION EN COLUMNAS DE LABORATORIO.

blemente el hierro analizado era inferior al realmente existente entre líquido y precipitados.

Resumiendo, se ve que la cementación en columnas que semejasen la acción estática de las canales necesitó mucho tiempo, casi el triple que el deducido de la experiencia por agitación.

#### 6.7. Recuperación del cobre de los estériles sólidos.

La recuperación del cobre no disuelto se abordó por medio de la flotación. Se consideraron dos variantes, una en la que los residuos neutralizados se flotaban globalmente y otra en la que se fraccionaban previamente en una porción de lamas o finos y otra de arenas. En ambos casos se investigó la acción de las variables que más podían influir sobre el proceso.

El trabajo de laboratorio se completó con el estudio del refino de los concentrados, obtenidos en planta piloto, con el fin de elevar la ley, y con la determinación de las características de sedimentación de los productos de flotación.

Por último se hizo una comparación entre los dos procesos (de flotación global y de flotación por fracciones) resumiendo las condiciones óptimas de trabajo, así como los resultados a esperar.

##### 6.7.1. Flotación del cobre de los residuos globales.

Se estudió mediante un planteo factorial que comprendía las variables y niveles siguientes :

|                                 |                     |   |        |
|---------------------------------|---------------------|---|--------|
| A, remolienda, min              | 0                   | y | 4      |
| B, pH de la pulpa               | 11,5                | y | 8,0    |
| C, tipo de colector             | EDNa                | y | Mezcla |
| D, dosis total de colector, g/t | 60                  | y | 120    |
| E, tiempo de flotación, min     | (2,5), (5), 10 y 20 |   |        |

Se trabajó con una pulpa al 20 % en sólidos de ley 1,94 % Cu, y a la temperatura ambiente. El ajuste de pH se realizó con lechada de cal. Los resu

dos originales tenían el 10,2 % sobre 48-m y el 50,6 % sobre 200-m; una vez remolidos estos valores se convertían en 0,0 % sobre 48-m, y el 30,3 % sobre 200-m. La mezcla de colectores estuvo formada por stilkantato y butilkantato, mitad a mitad. Como espumante se empleó aceite de pino, 30 g/t.

Los resultados obtenidos se indican en la tabla 17. A partir de la misma se hizo el análisis estadístico del factorial  $2^5$ , resumen del experimental cuando el tiempo únicamente se consideraba a los niveles superiores. El resultado obtenido se indica en la tabla 18. Como se ve en la misma, hay muchos factores e interacciones con influencia significativa. De forma resumida se puede decir :

a) Ley del concentrado. En general fué baja, pues se trataba de una operación de debaste. Sobre su valor no tuvo influencia el nivel del pH, pero sí el del resto de las variables principales :

- molienda (efecto -2,52),
- tipo de colector (+0,91),
- dosis de colector (-1,54) y
- tiempo (-0,66),
- así como también seis interacciones de primer orden y cuatro de segundo.

La mayoría de los efectos significativos tuvieron valor negativo, es decir, suponían una disminución de la ley. Es de señalar que no fueron significativas las interacciones del tiempo con el resto de los factores. Teniendo en cuenta los factores significativos, la ecuación de respuesta para el tratamiento óptimo-práctico (bode) desde el punto de vista de recuperación de cobre sería :

$$L_{bode} = \frac{1}{2} (T - A - AB + C - AC + BC - ABC + D - AD + BD - ABD + CD - ACD + BCD + E) = 12,4$$

La varianza de los efectos correspondientes sería :

$$V = V_0/2^{n-2} = 8,401 \times 10^{-2}/2^3 = 1,05 \times 10^{-2}$$

b) Recuperación de cobre. Sobre ella tuvieron influencia significativa las variables principales, con efectos todos ellos positivos :



Tabla 17. Flotación del cobre a partir de residuos globales.

| Condiciones    |          |                |                    |                      | Resultados, % |                |                               |      |
|----------------|----------|----------------|--------------------|----------------------|---------------|----------------|-------------------------------|------|
| A,<br>molienda | B,<br>pH | C,<br>Colector | D,<br>Dosis<br>g/t | E,<br>Tiempo,<br>min | Ley<br>Cu     | Recup.<br>peso | Recup. Cobre<br>Exp. Probable |      |
| 0              | 11,5     | EXNa           | 60                 | 10                   | 14,6          | 8,8            | 65,8                          | 65,8 |
|                |          |                |                    | 20                   | 14,2          | 9,4            | 68,6                          | 68,5 |
|                |          |                | 120                | 10                   | 14,8          | 8,7            | 67,9                          | 69,5 |
|                |          |                |                    | 20                   | 14,1          | 9,4            | 70,5                          | 72,1 |
|                |          | Mezcla         | 60                 | 10                   | 14,4          | 8,4            | 64,5                          | 64,7 |
|                |          |                |                    | 20                   | 13,6          | 9,3            | 67,6                          | 67,3 |
|                |          |                | 120                | 10                   | 13,2          | 12,2           | 81,9                          | 79,8 |
|                |          |                |                    | 20                   | 12,7          | 12,9           | 83,7                          | 82,4 |
|                | 8,0      | EXNa           | 60                 | 10                   | 14,1          | 9,4            | 78,1                          | 77,7 |
|                |          |                |                    | 20                   | 13,3          | 10,2           | 80,0                          | 80,4 |
|                |          |                | 120                | 10                   | 13,2          | 11,4           | 76,7                          | 74,8 |
|                |          |                |                    | 20                   | 12,0          | 12,8           | 78,7                          | 77,5 |
|                |          | Mezcla         | 60                 | 10                   | 21,9          | 7,0            | 80,1                          | 79,6 |
|                |          |                |                    | 20                   | 20,6          | 7,6            | 81,8                          | 82,2 |
|                |          |                | 120                | 10                   | 13,2          | 12,4           | 81,0                          | 82,1 |
|                |          |                |                    | 20                   | 12,6          | 13,1           | 82,7                          | 84,8 |
| 4              | 11,5     | EXNa           | 60                 | 10                   | 13,9          | 11,6           | 81,9                          | 81,7 |
|                |          |                |                    | 20                   | 13,3          | 12,2           | 82,9                          | 84,3 |
|                |          |                | 120                | 10                   | 12,6          | 12,7           | 81,9                          | 81,0 |
|                |          |                |                    | 20                   | 12,2          | 13,5           | 84,9                          | 83,6 |
|                |          | Mezcla         | 60                 | 10                   | 12,7          | 12,3           | 80,2                          | 79,7 |
|                |          |                |                    | 20                   | 12,3          | 13,1           | 83,1                          | 82,3 |
|                |          |                | 120                | 10                   | 12,8          | 12,2           | 80,3                          | 81,3 |
|                |          |                |                    | 20                   | 12,4          | 13,0           | 83,0                          | 84,0 |
|                | 8,0      | EXNa           | 60                 | 10                   | 9,5           | 17,6           | 82,5                          | 81,4 |
|                |          |                |                    | 20                   | 9,2           | 18,6           | 84,3                          | 84,1 |
|                |          |                | 120                | 16                   | 12,1          | 12,8           | 80,4                          | 81,0 |
|                |          |                |                    | 20                   | 11,7          | 13,5           | 82,2                          | 83,7 |
|                |          | Mezcla         | 60                 | 10                   | 14,0          | 11,7           | 81,0                          | 82,4 |
|                |          |                |                    | 20                   | 13,0          | 13,1           | 85,4                          | 85,0 |
|                |          |                | 120                | 10                   | 10,6          | 14,6           | 77,2                          | 78,4 |
|                |          |                |                    | 20                   | 9,5           | 17,7           | 84,5                          | 81,1 |

Tabla 18. Análisis de la varianza para la flotación de los residuos globales a escala de laboratorio (x).

| Origen de la variación                            | Ley del concentrado<br>Cu, % | Recuperación, % |                |
|---|------------------------------|-----------------|----------------|
|   |                              | Cobre           | Peso           |
| Cuadrado medio; y significación positiva al nivel |                              |                 |                |
| A   | 5,1 (1) ; 0,01               | 3,5 (2) ; 0,01  | 1,0 (2) ; 0,01 |
| B   | 2,6 (-1); -                  | 1,4 (2) ; 0,01  | 1,8 (1) ; 0,05 |
| C   | 6,6 (0) ; 0,01               | 2,9 (1) ; 0,01  | 1,3 (-1); -    |
| D   | 1,9 (1) ; 0,01               | 2,8 (1) ; 0,05  | 1,6 (1) ; 0,05 |
| E   | 3,5 (0) ; 0,01               | 5,7 (1) ; 0,05  | 8,1 (0) ; -    |
| AB  | 1,5 (1) ; 0,01               | 1,5 (2) ; 0,01  | 6,3 (0) ; -    |
| AC  | 2,8 (0) ; 0,01               | 5,8 (1) ; 0,05  | 1,9 (0) ; -    |
| AD  | 8,9 (0) ; 0,01               | 6,0 (1) ; 0,01  | 1,7 (1) ; 0,05 |
| AE  | 1,0 (-1); -                  | 1,6 (0) ; -     | 2,3 (-1); -    |
| BC  | 2,1 (1) ; 0,01               | 2,8 (0) ; -     | 8,2 (0) ; -    |
| BD  | 8,5 (0) ; 0,01               | 7,5 (1) ; 0,01  | 4,0 (-1); -    |
| BE  | 1,8 (-1); -                  | 2,4 (-1); -     | 4,0 (-1); -    |
| CD  | 2,2 (1) ; 0,01               | 3,0 (1) ; 0,05  | 2,5 (1) ; 0,05 |
| CE  | 4,5 (-2); -                  | 2,3 (0) ; -     | 1,8 (-1); -    |
| DE  | 5,0 (-3); -                  | 3,6 (0) ; -     | 1,8 (-1); -    |
| ABC   | 5,2 (0) ; 0,01               | 8,8 (0) ; -     | 5,6 (-1); -    |
| ABD   | 9,1 (0) ; 0,01               | 2,3 (1) ; 0,10  | 5,2 (0) ; -    |
| ABE   | 5,0 (-3); -                  | 2,3 (0) ; -     | 2,2 (-1); -    |
| ACD   | 1,5 (0) ; 0,01               | 4,1 (1) ; 0,05  | 4,6 (-2); -    |
| ACE   | 4,5 (-2); -                  | 3,6 (0) ; -     | 4,3 (-1); -    |
| ADE   | 5,0 (-3); -                  | 1,1 (0) ; -     | 2,4 (-2); -    |
| BCD   | 2,3 (1) ; 0,01               | 1,2 (1) ; 0,10  | 1,1 (1) ; 0,10 |
| BCE   | 3,1 (-2) ; -                 | 1,3 (0) ; -     | 7,4 (-2); -    |
| BDE   | 1,2 (-3); -                  | 2,4 (-1); -     | 1,3 (-1); -    |
| CDE   | 6,1 (-2); -                  | 1,1 (-2); -     | 3,1 (-2); -    |
| Error (6 gdl)                                     | 8,4 (-2)                     | 4,3 (0)         | 2,5 (0)        |
| Efectos   |                              |                 |                |
| A   | -2,52                        | 6,61            | 3,56           |
| B   | -                            | 4,26            | 1,49           |
| C   | 0,91                         | 1,90            | -              |
| D   | -1,54                        | 1,87            | 1,40           |
| E   | -0,66                        | 2,66            | -              |
| AB  | -1,35                        | -4,35           | -              |
| AC  | -0,59                        | -2,69           | -              |
| AD  | 1,05                         | -2,74           | -1,45          |
| BC  | 1,62                         | -               | -              |
| BD  | -1,03                        | -3,06           | -              |
| CD  | -1,64                        | 1,95            | 1,78           |
| ABC   | -0,83                        | -               | -              |
| ABD   | 1,07                         | 1,70            | -              |
| ACD   | 0,43                         | -2,26           | -              |
| BCD   | -1 68                        | -1 4            | 1 18           |
| total   | 26,55                        | 157,80          | 23,95          |

Variables, A, molienda; B, pH; C, colector; D, dosis; E, tiempo

- + 5,51 para la molienda,
- + 4,26 para el pH,
- + 1,90 para el tipo de colector,
- + 1,87 para la dosis de colector, y
- + 2,66 para la prolongación del tiempo de flotación.

Por el contrario, la mayoría de las interacciones significativas tuvieron efectos negativos y casi anulaban el efecto beneficioso de la modificación en el nivel de la variable principal. En la tabla se indican los valores más probables para la recuperación, calculados a partir de la ecuación de respuestas (226), y que para el valor óptimo-práctico (bode) deducido como se indica luego sería :

$$X_{bode} = \frac{1}{2} (T - A + B - AB + C - AC + D - AD + BD - ABD + CD - ACD + BCD + E) = 84,8$$

La varianza de los efectos sería :

$$V = V_0/2^{n-2} = 4,269/8 = 0,53$$

Analizando la tabla de resultados probables, se ve que la recuperación más alta, 85,0 %, se lograría con :

- remolienda, pH 8,
- mezcla de colectores,
- con dosis baja, 80 g/t, y
- 20 min de flotación.

Modificando el tipo de colector a stilxantate y manteniendo el resto de las condiciones anteriores, la recuperación sería, 84,1 %. Si se suprimiese la remolienda, cuya realización supondría una complicación en la planta, y se mantuviesen todas las demás variables al nivel superior, la recuperación probable sería del 84,8 %. Dada la pequeña diferencia entre este valor y el óptimo se puede considerar aceptable el trabajo sin remolienda. La ley probable para su concentrado sería 12,6 % Cu y la recuperación en peso equivaldría al 13,0 %.

c) Recuperación en peso. Sobre la misma únicamente tuvieron influencia tres factores principales :

- molienda (efecto + 3,56),
- pH (+ 1,49), y
- dosis de colector (+ 1,40),
- así como también las interacciones de primer orden y una de tercero.

#### 6.7.2. Flotación de arenas.

Los residuos se fraccionaron en arenas y lamas mediante un cónulón de laboratorio de 30 mm de diámetro. Se trabajó con pulpa al 15 % en sólidos y con 5 mca de presión. El corte nominal se realizó a 0,1 mm. Los residuos globales alimentados tenían una ley del 1,90 % Cu. Las lamas resultantes tuvieron una ley del 2,30 % Cu. La ley de las arenas fue del 0,84 % Cu y representaban el 12 % del cobre total y el 27,5 % del peso.

La flotación del cobre de las arenas se estudió mediante un planteo factorial que incluía las variables y niveles :

|  |        |   |     |
|--|--------|---|-----|
| A, pH de la suspensión                 | 11,5   | y | 8,0 |
| B, concentración en sólidos, %         | 25, 30 | y | 35  |
| C, dosis de colector, g/m <sup>3</sup> | 15     | y | 30  |
| D, tiempo de flotación, min            | 5      | y | 15  |

Como condiciones fijas se tuvieron el tipo de colector, etilxantato sódico, el espumante, aceite de pino 15 g/m<sup>3</sup>, y al empleo de cal para la regulación del pH.

Los resultados obtenidos se indican en la tabla 19. A partir de la misma se realizó el análisis estadístico. El análisis de la varianza resultante para el factorial 2<sup>4</sup>, con los niveles extremos de sólidos se recoge en la tabla 20. De acuerdo con la misma, resulta :

a) Ley del concentrado. Fue muy baja, 3,6-7,5 % Cu. Sobre la misma tuvieron influencia significativa :

- la variación en el nivel del pH (efecto + 0,4), y
- el tiempo (-0,26), así como
- la interacción variación de pH - variación en la concentración en sólidos (efecto -0,27).

En la tabla 19 se indican las leyes más probables calculadas a par-

Tabla 19. Resultados de la flotación de las arenas.

| A<br>pH | B<br>Sólidos<br>% | C<br>Dosis<br>g/t | D<br>Tiempo<br>min | Experimentales, % |              | Ley Cu | Probables, % |              |       |
|---------|-------------------|-------------------|--------------------|-------------------|--------------|--------|--------------|--------------|-------|
|         |                   |                   |                    | Ley Cu            | Recuperación |        | Peso         | Recuperación |       |
|         |                   |                   |                    |                   | Peso         | Cobre  |              | Peso         | Cobre |
| 11,5    | 25                | 15                | 5                  | 7,16              | 8,6          | 81,0   | 7,16         | 8,6          | 31,7  |
|         |                   |                   | 15                 | 7,05              | 9,1          | 84,3   | 6,90         | 9,2          | 85,4  |
|         | 30                | 5                 | 7,07               | 9,7               | 84,8         | 7,16   | 9,7          | 84,1         |       |
|         |                   | 15                | 6,91               | 10,2              | 87,0         | 6,90   | 10,3         | 86,8         |       |
| 30      | 15                | 5                 | 7,48               | 9,4               | 82,0         | -      | -            | -            |       |
|         |                   | 15                | 7,45               | 9,8               | 84,5         | -      | -            | -            |       |
|         | 30                | 5                 | 7,32               | 9,4               | 80,4         | -      | -            | -            |       |
|         |                   | 15                | 7,25               | 10,0              | 85,1         | -      | -            | -            |       |
| 35      | 15                | 5                 | 7,38               | 9,4               | 80,5         | 7,43   | 9,4          | 80,4         |       |
|         |                   | 15                | 7,21               | 9,9               | 83,2         | 7,17   | 10,0         | 83,1         |       |
|         | 30                | 5                 | 7,32               | 9,4               | 80,0         | 7,43   | 9,4          | 79,9         |       |
|         |                   | 15                | 7,24               | 9,9               | 82,4         | 7,17   | 10,0         | 82,6         |       |
| 8,0     | 25                | 15                | 5                  | 8,66              | 8,1          | 82,6   | 7,83         | 8,6          | 82,5  |
|         |                   | 15                | 7,56               | 9,7               | 86,0         | 7,57   | 9,2          | 85,2         |       |
|         | 30                | 5                 | 7,43               | 9,8               | 85,0         | 7,83   | 9,7          | 85,0         |       |
|         |                   | 15                | 7,23               | 10,2              | 86,8         | 7,57   | 10,3         | 87,7         |       |
| 30      | 15                | 5                 | 7,30               | 9,6               | 83,0         | -      | -            | -            |       |
|         |                   | 15                | 7,18               | 10,1              | 86,0         | -      | -            | -            |       |
|         | 30                | 5                 | 7,20               | 9,6               | 83,5         | -      | -            | -            |       |
|         |                   | 15                | 7,03               | 10,1              | 85,9         | -      | -            | -            |       |
| 35      | 15                | 5                 | 7,54               | 9,6               | 83,5         | 7,56   | 9,4          | 83,7         |       |
|         |                   | 15                | 7,30               | 10,1              | 86,4         | 7,30   | 10,1         | 86,4         |       |
|         | 30                | 5                 | 7,43               | 9,6               | 83,1         | 7,56   | 9,4          | 83,1         |       |
|         |                   | 15                | 7,40               | 10,1              | 86,1         | 7,30   | 10,0         | 85,9         |       |

Tabla 20. Análisis de la varianza de la flotación de arenas.

| Origen de la variación          | Ley del concentrado, Cu % | Recuperación, % |            |
|---------------------------------|---------------------------|-----------------|------------|
|                                 |                           | Cobre           | Peso       |
| Cuadrado medio                  |                           |                 |            |
| Efectos principales             |                           |                 |            |
| A, pH                           | 6,440 (-1)                | 1,660 (1)       | 6,250 (-2) |
| B, sólidos                      | 3,906 (-3)                | 9,455 (0)       | 4,225 (-1) |
| C, dosis colector               | 2,093 (-1)                | 3,706 (0)       | 1,210 (0)  |
| D, tiempo                       | 2,730 (-1)                | 2,943 (1)       | 1,562 (0)  |
| Interacciones                   |                           |                 |            |
| AB                              | 2,943 (-1)                | 5,881 (0)       | 2,250 (-2) |
| AC                              | 1,072 (-1)                | 4,556 (-1)      | 0          |
| AD                              | 6,891 (-2)                | 1,562 (-2)      | 6,250 (-2) |
| BC                              | 1,914 (-1)                | 8,556 (0)       | 1,210 (0)  |
| BD                              | 6,891 (-2)                | 5,625 (-3)      | 6,250 (-2) |
| CD                              | 8,266 (-2)                | 5,256 (-1)      | 9,000 (-2) |
| Error (5 gdl)                   | 6,224 (-2)                | 2,936 (-1)      | 6,650 (-2) |
| Significación positiva al nivel |                           |                 |            |
| A                               | 0,05                      | 0,01            | -          |
| B                               | -                         | 0,01            | 0,05       |
| C                               | -                         | 0,05            | 0,01       |
| D                               | 0,10                      | 0,01            | 0,01       |
| AB                              | 0,10                      | 0,01            | -          |
| BC                              | -                         | 0,01            | 0,01       |
| Efectos                         |                           |                 |            |
| A                               | 0,40                      | 2,04            | -          |
| B                               | -                         | -1,54           | 0,32       |
| C                               | -                         | 0,96            | 0,55       |
| D                               | -0,26                     | 2,71            | 0,62       |
| AB                              | -0,27                     | 1,21            | -          |
| BC                              | -                         | -1,46           | -0,55      |
| Total                           | 14,73                     | 167,83          | 19,17      |

tir de los efectos significativos.

b) Recuperación de cobre. Estuvo comprendida entre el 80 y el 87%. Sobre la misma tuvieron influencia significativa los factores principales:

- pH (efecto + 2,04),
- concentración en sólidos (-1,54),
- dosis de colector (+ 0,96), y
- tiempo de agitación (-2,71), así como también
- las interacciones pH-concentración en sólidos (+ 1,21), y
- concentración en sólidos-dosis de colector (-1,46).

Considerando la tabla 19 se ve que la recuperación probable más alta, 87,7 %, se lograría trabajando :

- a pH 8,0,
- con pulpa al 25 % en sólidos,
- con 30 g/m<sup>3</sup> de colector, y
- flotando durante 15 min.

El concentrado representaría el 10,3 % en peso y tendría una ley del 7,6 % Cu. La recuperación se reduciría al 86,4 % si se pasase a una pulpa más espesa. La diferencia real entre una y otra operación sería pequeña pues la primera representaría el 10,5 % del cobre de los residuos globales y la segunda el 10,4 %.

c) Recuperación en peso. Osciló alrededor del 9,5 %. Sobre ella tuvieron influencia significativa tres variables principales :

- sólidos (efecto + 0,32),
- dosis de colector (efecto + 0,55), y
- tiempo (efecto + 0,52), así como también
- la interacción sólidos-dosis de colector (efecto + 0,55).

Referida a la alimentación de residuos todo uno al concentrado de arenas supondría el 3,6 %.

### 6.7.3. Flotación de lamas.

En la recuperación del cobre de los finos o lamas, se investigó la

la influencia de las variables y niveles,

|  |            |
|--|------------|
| A, concentración en sólidos de la pulpa, % | 15 y 20    |
| B, pH de la suspensión                     | 8 y 11,5   |
| C, tipo de colector                        | EXNa y AXK |
| D, dosis de colector, g/m <sup>3</sup>     | 15 y 30    |
| E, tiempo de flotación, min                | 15 y 20    |

Como espumante se utilizó aceite de pino, 15 g/m<sup>3</sup>, y para el ajuste de pH se empleó cal. El conjunto se adaptó a un planteo factorial 2<sup>5</sup> sin replicado. Los resultados obtenidos se indican en la tabla 21. A partir de la misma se hizo el análisis estadístico con el resultado que se indica en la tabla 22 y que se puede resumir en :

a) Ley del concentrado. Fué relativamente baja con valores comprendidos entre 11,5 y 21,7 % Cu. Tuvieron influencia estadísticamente significativa cuatro de las variables principales y siete interacciones. No tuvo significación la influencia de la variación del pH.

- El efecto mayor correspondió al incremento de la dosis de colector que llevó consigo una fuerte disminución (-3,06) de la ley del concentrado.

- También la prolongación del tiempo de flotación originó una reducción (-1,54) en la ley del concentrado.

- El aumento de la concentración en sólidos fué favorable a la ley (+ 0,85),

- El empleo de colectores fuertes (amylxantato) originó también una reducción (-0,82) en la ley del concentrado.

Considerando estos efectos y los de las interacciones significativas se han recalculado los valores más probables para la ley y que se recogen en la tabla 21.

b) Recuperación de cobre. Estuvo comprendida entre el 66 y el 79 %. Entre ella tuvieron influencia significativa las mismas variables principa



Tabla 21. Flotación de cobre a partir de lamas.

| Condiciones       |         |               |                                |                    | Resultados experim. % |              |       | Resultados probables, % |              |       |
|-------------------|---------|---------------|--------------------------------|--------------------|-----------------------|--------------|-------|-------------------------|--------------|-------|
| A<br>sólidos<br>% | B<br>pH | C<br>colector | D<br>dosis<br>g/m <sup>3</sup> | E<br>tiempo<br>min | Ley<br>Cu             | Recuperación |       | Ley<br>Cu               | Recuperación |       |
|                   |         |               |                                |                    |                       | Peso         | Cobre |                         | Peso         | Cobre |
| 15                | 8       | EXNa          | 15                             | 15                 | 18,55                 | 9,0          | 73,0  | 18,08                   | 9,3          | 72,8  |
|                   |         |               |                                | 20                 | 16,90                 | 10,1         | 74,9  | 17,04                   | 10,1         | 74,6  |
|                   |         |               | 30                             | 15                 | 15,80                 | 10,9         | 74,4  | 15,97                   | 10,7         | 74,1  |
|                   |         |               |                                | 20                 | 14,65                 | 12,1         | 76,2  | 14,93                   | 11,6         | 75,9  |
|                   |         | AXK           | 15                             | 15                 | 16,10                 | 10,6         | 75,2  | 16,62                   | 10,3         | 74,7  |
|                   |         |               |                                | 20                 | 15,00                 | 11,7         | 77,2  | 15,58                   | 11,3         | 76,4  |
|                   |         |               | 30                             | 15                 | 14,75                 | 12,1         | 77,1  | 14,57                   | 12,1         | 76,8  |
|                   |         |               |                                | 20                 | 13,82                 | 13,2         | 78,9  | 13,53                   | 13,3         | 78,6  |
|                   | 11,5    | EXNa          | 15                             | 15                 | 21,20                 | 7,7          | 70,5  | 21,70                   | 7,5          | 70,1  |
|                   |         |               |                                | 20                 | 19,50                 | 8,6          | 72,7  | 20,62                   | 8,1          | 72,6  |
|                   |         |               | 30                             | 15                 | 11,75                 | 14,4         | 75,0  | 12,51                   | 13,8         | 75,0  |
|                   |         |               |                                | 20                 | 11,30                 | 15,5         | 77,8  | 11,47                   | 15,5         | 71,5  |
|                   |         | AXK           | 15                             | 15                 | 18,88                 | 9,1          | 73,8  | 18,62                   | 9,1          | 73,9  |
|                   |         |               |                                | 20                 | 17,70                 | 10,0         | 76,1  | 17,58                   | 10,0         | 76,4  |
|                   |         |               | 30                             | 15                 | 14,52                 | 12,2         | 76,5  | 15,17                   | 11,6         | 75,6  |
|                   |         |               |                                | 20                 | 13,65                 | 13,4         | 78,8  | 14,13                   | 12,7         | 78,2  |
| 20                | 8       | EXNa          | 15                             | 15                 | 20,40                 | 7,6          | 67,6  | 19,86                   | 7,8          | 67,9  |
|                   |         |               |                                | 20                 | 17,20                 | 9,6          | 71,4  | 18,82                   | 8,7          | 71,2  |
|                   |         |               | 30                             | 15                 | 18,23                 | 8,4          | 67,5  | 17,27                   | 9,0          | 68,0  |
|                   |         |               |                                | 20                 | 15,75                 | 10,2         | 71,1  | 16,23                   | 10,1         | 71,3  |
|                   |         | AXK           | 15                             | 15                 | 20,50                 | 7,6          | 68,5  | 19,84                   | 8,0          | 68,6  |
|                   |         |               |                                | 20                 | 18,55                 | 8,7          | 70,7  | 18,80                   | 8,8          | 71,9  |
|                   |         |               | 30                             | 15                 | 14,27                 | 11,7         | 72,0  | 14,39                   | 11,5         | 71,9  |
|                   |         |               |                                | 20                 | 13,00                 | 13,1         | 75,0  | 13,35                   | 13,0         | 75,1  |
|                   | 11,5    | EXNa          | 15                             | 15                 | 18,67                 | 8,2          | 65,8  | 17,86                   | 8,6          | 66,2  |
|                   |         |               |                                | 20                 | 16,45                 | 10,0         | 70,3  | 16,82                   | 9,6          | 70,3  |
|                   |         |               | 30                             | 15                 | 16,45                 | 9,7          | 69,7  | 16,67                   | 9,7          | 70,0  |
|                   |         |               |                                | 20                 | 14,70                 | 11,6         | 73,6  | 15,63                   | 10,9         | 74,1  |
|                   |         | AXK           | 15                             | 15                 | 15,52                 | 10,2         | 68,5  | 16,26                   | 9,8          | 69,0  |
|                   |         |               |                                | 20                 | 14,32                 | 11,8         | 73,2  | 15,22                   | 11,0         | 73,0  |
|                   |         |               | 30                             | 15                 | 17,60                 | 9,5          | 71,3  | 17,85                   | 9,3          | 71,8  |
|                   |         |               |                                | 20                 | 16,25                 | 10,8         | 74,9  | 16,81                   | 10,4         | 75,9  |

**Tabla 22.** Análisis de la varianza para la flotación de las lamas (x).

| Origen de la<br>variación                         | Ley del concentrado<br>Cu, % | Recuperación, % |                |
|---|------------------------------|-----------------|----------------|
|   |                              | Cobre           | Peso           |
| Cuadrado medio; y significación positiva al nivel |                              |                 |                |
| A   | 5,8 (0) ; 0,05               | 1,8 (2) ; 0,01  | 1,5 (1) ; 0,01 |
| B   | 7,8 (-1); -                  | 1,5 (-1); -     | 1,2 (0) ; 0,05 |
| C   | 5,4 (0) ; 0,05               | 4,1 (1) ; 0,01  | 4,6 (0) ; 0,01 |
| D   | 7,5 (1) ; 0,01               | 5,1 (1) ; 0,01  | 4,6 (1) ; 0,01 |
| E   | 1,9 (1) ; 0,01               | 6,7 (1) ; 0,01  | 1,4 (1) ; 0,01 |
| AB  | 3,8 (0) ; 0,05               | 2,6 (0); 0,05   | 4,3 (-1); -    |
| AC  | 1,8 (-1); -                  | 1,2 (-1); -     | 5,2 (-1); -    |
| AD  | 1,0 (1) ; 0,01               | 1,5 (-1); -     | 7,7 (0) ; 0,01 |
| AE  | 1,4 (0) ; -                  | 4,6 (0) ; 0,01  | 5,8 (-1); -    |
| BC  | 3,0 (0) ; 0,05               | 2,0 (-2); -     | 2,8 (0) ; 0,01 |
| BD  | 2,4 (-1); -                  | 5,3 (0) ; 0,01  | 6,9 (-1); 0,10 |
| BE  | 2,4 (-1); -                  | 1,2 (0) ; 0,10  | 3,1 (-4); -    |
| CD  | 4,1 (0) ; 0,05               | 1,5 (-1); -     | 1,0 (0) ; 0,10 |
| CE  | 7,8 (-1) -                   | 2,1 (-1); -     | 1,4 (-1); -    |
| DE  | 5,0 (-1); -                  | 2,0 (-2); -     | 7,8 (-3); -    |
| ABC   | 7,8 (-1); -                  | 1,1 (-2); -     | 6,3 (-1); -    |
| ABD   | 3,6 (1) ; 0,01               | 6,0 (-1); -     | 1,5 (1) ; 0,01 |
| ABE   | 8,0 (-2); -                  | 1,2 (-1); -     | 1,5 (-2); -    |
| ACD   | 4,3 (0) ; 0,05               | 2,4 (0) ; 0,05  | 3,3 (0) ; 0,01 |
| ACE   | 2,8 (-1); -                  | 1,2 (-1); -     | 1,4 (-1); -    |
| ADE   | 2,0 (-2); -                  | 6,1 (-2); -     | 1,5 (-2); -    |
| BCD   | 1,6 (1) ; 0,01               | 8,0 (0) ; 0,01  | 1,0 (1) ; 0,01 |
| BCE   | 8,0 (-2); -                  | 8,0 (-2); -     | 1,5 (-2); -    |
| BDE   | 1,2 (-3); -                  | 6,1 (-2); -     | 3,1 (-4); -    |
| CDE   | 1,2 (-1); -                  | 1,2 (-3); -     | 3,1 (-4); -    |
| Error (6 gdl)                                     | 4,65 (-1)                    | 2,97 (-1)       | 1,81 (-1)      |
| Efectos   |                              |                 |                |
| A   | 0,85                         | -4,18           | 1,37           |
| B   | -                            | -               | 0,38           |
| C   | -0,82                        | 2,26            | 0,76           |
| D   | -3,06                        | 2,52            | 2,39           |
| E   | -1,54                        | 2,90            | 1,34           |
| AB  | -0,69                        | 0,57            | -              |
| AD  | 1,14                         | -               | -0,98          |
| AE  | -                            | 0,76            | -              |
| BC  | 0,61                         | -               | -0,59          |
| BD  | -                            | 0,81            | 0,29           |
| BE  | -                            | 0,39            | -              |
| CD  | 0,71                         | -               | -0,36          |
| ABD   | 2,12                         | -               | -1,35          |
| ACD   | -0,74                        | 0,55            | 0,64           |
| BCD   | 1,42                         | -1,00           | -1,13          |
| Total   | 32,62                        | 146,20          | 21,20          |

x) Variables : A, concentración en sólidos; B, pH; C, tipo de colector; D, dosis de colector; E, tiempo.

les que sobre la ley, aunque los efectos fueron de signo opuesto.

- El efecto mayor fué el correspondiente al incremento en la concentración en sólidos que supuso una reducción (-4,18) bastante considerable en la recuperación,

- El empleo de colector potente mejoró la recuperación (+2,26); efectos parecidos se tuvieron :

- para el empleo de dosis altas de colector (+ 2,52), y
- para la prolongación de la flotación (+ 2,90).

Hubo seis interacciones significativas y todas ellas con efectos positivos (entre +0,39 y +0,81), a excepción de la interacción triple : pH - tipo de colector - dosis que fué negativa (-1,00). Los resultados más probables a esperar se han recalculado a partir de los efectos significativos y se indican en la tabla 21, en la misma se ve una gran proximidad entre los datos experimentales y los resultados calculados.

Desde el punto de vista de recuperación de cobre el rendimiento mayor, 78,6 %, se obtendría por flotación sobre :

- pulpa diluida,
- a pH 8,0,
- utilizando amilxantato como colector, 30 g/m<sup>3</sup>, y
- prolongando la flotación durante 20 min.

En estas condiciones la ley del concentrado sería del 13,5 % y representaría al 13,3 % en peso. En el caso de trabajar con pulpas más espesas la recuperación mejor estaría comprendida entre el 75 y al 76 % en peso. Refiriendo los valores a la alimentación de residuos globales, la flotación de lamas aportaría una recuperación de cobre del 69,1 % si se trabajaba con suspensiones diluidas y del 66,9 %, si la operación se hacía sobre pulpas espesas.

c) Recuperación peso. Estuvo comprendida entre el 7,5 % y el 13,8 % con un valor promedio de 10,6 %. Sobre su valor tuvieron influencia significativa todas las variables principales, con un incremento en la recuperación

ción al pasar al nivel superior de la variable. Por el contrario de siete interacciones significativas únicamente dos tuvieron efecto positivo y las otras cinco lo tuvieron negativo. Ya se ha indicado que la recuperación en peso correspondiente al rendimiento máximo de cobre fué del 13,5 % referida a la alimentación de lamas; este valor se convertiría en el 9,8 % cuando se refiriese a los residuos sin fraccionar.

#### 6.7.4. Comparación de flotación global y la operación fraccionada.

De las dos soluciones indicadas, flotación de los residuos globales, o flotación separada de arenas y lamas, interesará aquella que requiera menor inversión, menores costos de operación y tenga un rendimiento tal que comparado con los costos dé un balance positivo. Para comparar ambas posibilidades se resumen a continuación los resultados indicados antes.

a) Flotación de los residuos todo-uno. La recuperación probable de cobre sería del 84,8 % en forma de un producto de ley 12,6 % Cu y que representaría el 13,1 % en peso. La operación exigiría pulpa al 20 % en sólidos, a pH 8,0, mezcla de colectores (etil y butilxantato), dosis de 120 g/t y 20 min de flotación.

b) Fraccionamiento de residuos y flotación separada de lamas y arenas. La recuperación probable de cobre sería del 79,5 %, compuesto por 10,4 % de cobre procedente de las arenas y 69,1 % procedente de las lamas. La recuperación en peso representaría el 14,2 %. El concentrado combinado de desbaste tendría una ley con el 10,6 %. Las condiciones operativas necesarias serían :

- pulpa del 35 % en peso para las arenas y del 15 % para las lamas,
- pH de trabajo 8, para ambas operaciones,
- etilxantato para la flotación de los gruesos y amilxantato para la de los finos,
- las dosis de colector referidas a residuos todo-uno serían de 15 g/t de etilxantato y unos 125 g/t de amilxantato,
- los tiempos de flotación serían de 15 min, para las arenas, y de 20 min, para las lamas.

c) Resúmen. De acuerdo con esto se ve que metalúrgicamente es mejor la flotación de los residuos globales que la de los residuos fraccionados pues se tienen 5,3 unidades más de recuperación y 2,2 unidades más en la ley de desbaste. Desde el punto de vista de realización también es más simple y requiere menor volumen de flotación, pues la ventaja lograda para las arenas al trabajar con pulpas espesas y con tiempos cortos, queda ampliamente absorbida por las exigencias de las lamas, de pulpas diluidas y tiempos largos. El consumo de reactivos también es mayor para la flotación separada.

#### 6.7.5. Refino de los concentrados de la flotación de desbaste.

Los concentrados de desbaste de la operación continua en escala de planta piloto eran bastante pobres (7.7.3). Con el fin de elevar la ley se estudió su refino a escala discontinua. La dilución de los concentrados podía proceder de :

- arrastre de material estéril y de pirita flotada junto al cobre, y
- de mixtos de pirita-cobre.

Por consiguiente era de esperar un aumento de la ley cuando se re-flotase aún más el concentrado a partir de pulpa más diluida (15 % en sólidos) o cuando se deprimiese la pirita con cal o con cianuro. Por ello estos factores, junto con la adición del colector y el tiempo de flotación, constituyeron el primer planteo realizado con material de ley 14,8 % Cu. En este planteo se consideraron los factores y niveles.

|  |     |         |
|--|-----|---------|
| A, pH de la suspensión                 | 8,0 | 11,5    |
| B, dosis de colector, g/m <sup>3</sup> | 10  | 25      |
| C, dosis de cianuro, g/m <sup>3</sup>  | 0   | 20 (40) |
| D, tiempo de flotación, min            | (5) | 10 20   |

Parte de los resultados obtenidos se indican en la tabla 23 . En ella se han omitido los resultados obtenidos con tiempos cortos (5 min) y con dosis alta de cianuro (40 mg/m<sup>3</sup>). En general se tuvieron leyes altas 28-44 % Cu, pero recuperaciones bajas. En general (fig. 36) la calidad

Tabla 23. Resultados del refinado de concentrados de desbaste.

| Condiciones  |                                    |                                  |                    | Resultados, %  |              |       |           |              |       |
|--|------------------------------------|----------------------------------|--------------------|----------------|--------------|-------|-----------|--------------|-------|
| A<br>pH  | B (x)<br>dosis<br>g/m <sup>3</sup> | C<br>cianuro<br>g/m <sup>3</sup> | D<br>tiempo<br>min | Experimentales |              |       | Probables |              |       |
|  |                                    |                                  |                    | Ley            | Recuperación | Peso  | Ley       | Recuperación | Peso  |
|  |                                    |                                  |                    | Cu             | Cobre        | Cobre | Cu        | Cobre        | Cobre |
| (x) colector variable y espumante fijo (sin adición) |                                    |                                  |                    |                |              |       |           |              |       |
| 8  | 10                                 | 0                                | 10                 | 30,8           | 26,3         | 54,2  | 31,0      | 26,4         | 55,3  |
|  |                                    |                                  | 20                 | 28,9           | 32,4         | 62,7  | 28,8      | 32,8         | 63,8  |
|  | 20                                 |                                  | 10                 | 46,0           | 16,2         | 50,6  | 44,5      | 15,9         | 48,0  |
|  |                                    |                                  | 20                 | 44,0           | 18,7         | 55,8  | 42,3      | 19,7         | 56,4  |
|  | 25                                 | 0                                | 10                 | 20,8           | 49,7         | 70,0  | 19,8      | 48,8         | 65,2  |
|  |                                    |                                  | 20                 | 19,1           | 62,8         | 81,3  | 17,6      | 62,1         | 73,9  |
|  | 20                                 |                                  | 10                 | 26,3           | 26,9         | 47,9  | 27,9      | 29,8         | 56,5  |
|  |                                    |                                  | 20                 | 24,5           | 35,8         | 59,1  | 25,7      | 37,5         | 65,2  |
| 11,5   | 10                                 | 0                                | 10                 | 35,8           | 19,0         | 47,3  | 36,4      | 19,7         | 48,6  |
|  |                                    |                                  | 20                 | 32,5           | 25,7         | 58,1  | 34,1      | 24,7         | 57,0  |
|  | 20                                 |                                  | 10                 | 47,4           | 14,1         | 45,7  | 46,9      | 14,5         | 46,0  |
|  |                                    |                                  | 20                 | 46,3           | 17,3         | 54,8  | 44,6      | 18,0         | 54,4  |
|  | 25                                 | 0                                | 10                 | 29,7           | 28,7         | 56,4  | 31,2      | 26,8         | 56,5  |
|  |                                    |                                  | 20                 | 27,8           | 35,5         | 65,2  | 29,0      | 33,3         | 65,2  |
|  | 20                                 |                                  | 10                 | 41,6           | 26,9         | 68,5  | 39,4      | 24,5         | 65,2  |
|  |                                    |                                  | 20                 | 37,6           | 31,0         | 73,0  | 37,2      | 29,4         | 73,9  |
| (x) colector fijo (10 g/m <sup>3</sup> )             |                                    |                                  |                    |                |              |       |           |              |       |
| 8  | 15                                 | 0                                | 10                 | 19,7           | 67,4         | 89,5  | 20,5      | 64,0         | 88,4  |
|  |                                    |                                  | 20                 | 19,1           | 71,5         | 91,9  | 18,2      | 73,8         | 91,0  |
|  | 20                                 |                                  | 10                 | 34,0           | 35,7         | 80,0  | 34,0      | 35,3         | 81,0  |
|  |                                    |                                  | 20                 | 31,7           | 39,5         | 82,6  | 31,7      | 39,0         | 83,6  |
| 11,5   | 15                                 | 0                                | 10                 | 26,4           | 49,5         | 87,8  | 25,8      | 50,0         | 87,3  |
|  |                                    |                                  | 20                 | 25,2           | 52,7         | 89,6  | 23,6      | 56,4         | 89,8  |
|  | 20                                 |                                  | 10                 | 35,4           | 35,8         | 84,1  | 36,3      | 34,6         | 84,7  |
|  |                                    |                                  | 20                 | 32,8           | 40,2         | 87,6  | 34,1      | 37,9         | 87,2  |

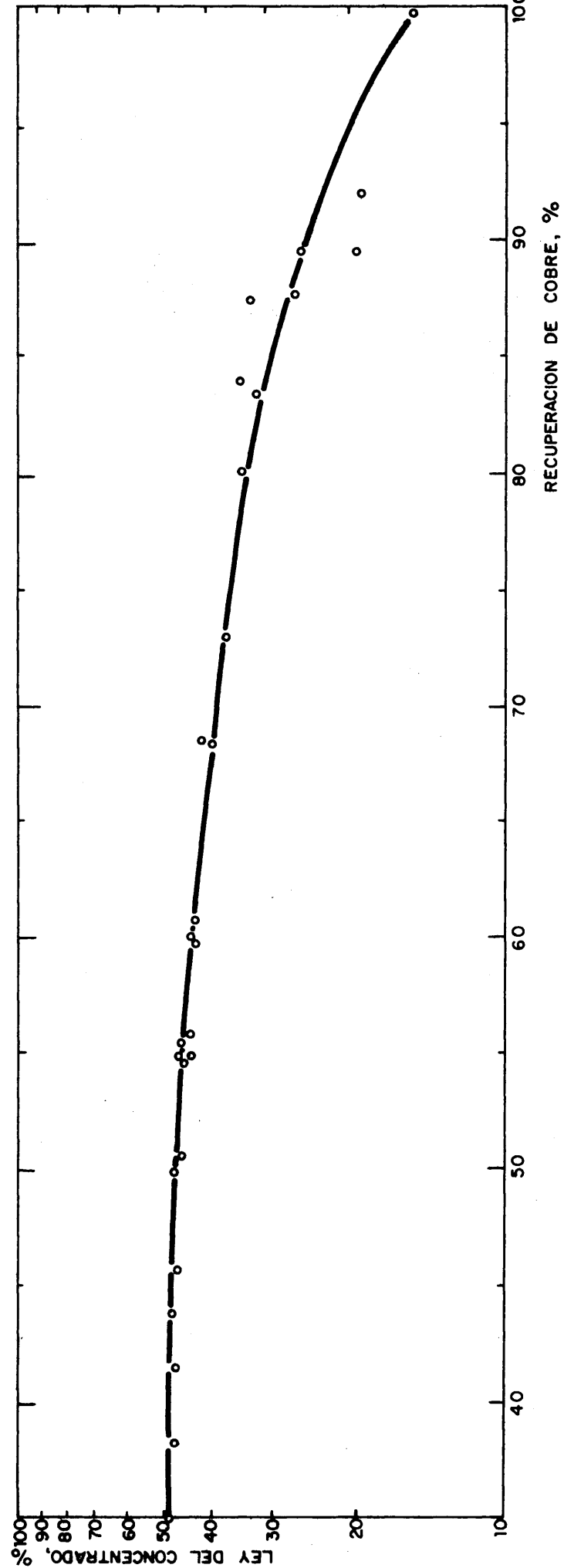


FIG.36.-REFINO DE CONCENTRADOS.

del concentrado se logró a costa de una disminución en el rendimiento.

Con el fin de aumentar el rendimiento se realizó un segundo planteo. En él se fijó una sola dosis de colector ( $10 \text{ g/m}^3$ ), se suprimió la flotación a tiempo corto y se hizo intervenir el espumante. El planteo quedó en la forma siguiente :

|                                       |      |      |
|---------------------------------------|------|------|
| A, pH de la suspensión                | 8,0  | 11,5 |
| B, dosis de espumante, $\text{g/m}^3$ | 10,0 | 50,0 |
| C, dosis de cianuro, $\text{g/m}^3$   | 0    | 20   |
| D, tiempo de flotación, min           | 10   | 20   |

Los resultados obtenidos se indican en la tabla 23. Los datos presentados se han desarrollado por el análisis de la varianza con el resultado que se recoge en la tabla 24. De acuerdo con la misma las conclusiones fundamentales son :

a) Ley del concentrado. Estuvo comprendida entre 19,1 y 46,3 % Cu, con un valor medio de 33,3 %. Sobre ella tuvieron influencia significativa las cuatro variables; dos con efecto muy marcado,

- espumante (efecto -10,56 unidades), y
- cianuro (efecto +12,01)

y dos con menos intensidad,

- pH (efecto +3,84), y
- tiempo de flotación (efecto -2,24)
- también fué significativa la interacción pH-dosis de cianuro (efecto -1,51, es decir, los efectos principales de estas dos variables no son completamente aditivos).

b) Recuperación de cobre. Estuvo comprendida entre el 46 y el 92% con un valor medio de 70 %. Sobre ella no solo tuvieron influencia, estadísticamente significativa, las variables principales :

- pH (efecto - 1,55),
- espumante (efecto +32,95),
- cianuro (efecto -5,00), y
- tiempo (efecto +5,50).



Tabla 24. Análisis de la varianza para el refinado de concentrados con dosis fija de colector.

| Origen de la<br>variación          | Ley del concentrado<br>% Cu | Recuperación, % |            |
|------------------------------------|-----------------------------|-----------------|------------|
|                                    |                             | Cobre           | Peso       |
| Cuadrado medio                     |                             |                 |            |
| Efecto principales                 |                             |                 |            |
| A, pH                              | 5,890 (1)                   | 9,610 (0)       | 1,782 (2)  |
| B, espumante                       | 4,463 (2)                   | 4,343 (3)       | 3,097 (3)  |
| C, cianuro                         | 5,772 (2)                   | 1,000 (2)       | 1,008 (3)  |
| D, tiempo                          | 2,002 (1)                   | 1,210 (2)       | 7,225 (1)  |
| Interacciones                      |                             |                 |            |
| AB,                                | 6,250 (-4)                  | 3,192 (1)       | 2,116 (1)  |
| AC                                 | 9,151 (0)                   | 2,256 (1)       | 1,440 (2)  |
| AD                                 | 1,406 (-1)                  | 2,722 (0)       | 6,250 (-2) |
| BC                                 | 5,406 (0)                   | 5,062 (0)       | 1,742 (2)  |
| BD                                 | 1,381 (0)                   | 3,422 (1)       | 5,625 (-1) |
| CD                                 | 9,506 (-1)                  | 5,625 (-1)      | 2,402 (0)  |
| Error (5 gdl)                      | 1,773 (0)                   | 1,804 (0)       | 1,000 (1)  |
| Significación positiva en el nivel |                             |                 |            |
| A                                  | 0,01                        | 0,10            | 0,01       |
| B                                  | 0,01                        | 0,01            | 0,01       |
| C                                  | 0,01                        | 0,01            | 0,01       |
| D                                  | 0,05                        | 0,01            | 0,05       |
| AB                                 | -                           | 0,01            | -          |
| AC                                 | 0,10                        | 0,01            | 0,05       |
| BC                                 | -                           | -               | 0,01       |
| BD                                 | -                           | 0,01            | -          |
| Efectos                            |                             |                 |            |
| A                                  | 3,84                        | -1,55           | -6,67      |
| B                                  | -10,56                      | 32,95           | 27,82      |
| C                                  | 12,01                       | -5,00           | -15,87     |
| D                                  | -2,24                       | 5,50            | 4,25       |
| AB                                 | -                           | 2,82            | -          |
| AC                                 | -1,51                       | 2,37            | 6,00       |
| BC                                 | -                           | -               | -6,60      |
| BD                                 | -                           | -2,95           | -          |
| Total                              | 66,61                       | 140,32          | 70,25      |

sino también tres interacciones :

- pH - espumante (efecto +2,82),
- pH - cianuro (efecto +2,37), y
- espumante-tiempo (-2,95).

Es de señalar el gran incremento en la recuperación debido a la presencia de espumante; como contrapartida se tuvo una reducción fuerte en la ley.

En la tabla 23 se indican los valores más probables para la recuperación. De acuerdo con la misma unas condiciones óptimas de compromiso podrían estar en el refino a :

- pH 11,5,
- en presencia de espumante,
- sin cianuro, y
- flotando durante 20 min.

Esto daría una recuperación del 89,8 % de cobre, con ley del 23,6% Cu y el 56,4 % en peso. La adición de cianuro permitiría elevar la ley unas 11 unidades (34,1 % Cu) con recuperaciones ligeramente inferiores, esto no es un grave inconveniente pues se limitaría a aumentar el reciclado de cobre.

c) Recuperación en peso. Estuvo comprendida entre el 14 y el 71 % con un valor medio de 35 %. Los factores e interacciones que tuvieron influencia significativa fueron muy parecidos a los de la recuperación. Hay que señalar en primer lugar la influencia aislada de los factores, sobre todo espumante (efecto +27,82) y del cianuro (efecto -15,87) que produce aumento en la selectividad, la influencia del pH fué más pequeña (efecto -6,67) y de orden parecido a la del tiempo (efecto 4,25).

#### 6.7.6. Comportamiento físico de los concentrados de flotación.

a) Espesamiento. Los ensayos se enfocaron a la determinación de las características de sedimentación de las suspensiones de concentrados procedentes de flotación diluidos con el agua de lavado de los canales. Los ensayos se realizaron con un material que tenía una densidad real de

4 kg/l y estaba en forma de pulpa con el 20 % de sólidos en peso/peso ó 23,52 % en peso/volumen. Se consideró el comportamiento directo de la pulpa y el de ésta después de agregarle flocculante, separán, a dosis de (g/t) :

10,      20,      30      y      40

Las respuestas consideradas fueron las necesidades de área unitaria y la consistencia de la descarga.

Los resultados obtenidos se indican en la tabla 25. En la figura 37 se recogen los casos extremos. También se indican en la tabla 25 los tiempos correspondientes al punto crítico ( $t_c$ ) y el de dimensionado del área unitaria ( $t_u$ ). El área unitaria se ha calculado como antes (6.2.) mediante la fórmula :

$$A = 69,4 \quad (t_u/CaH_2O)$$

El área unitaria de la pulpa sin floccular fué de  $1,15 \text{ m}^2 \cdot \text{t}^{-1} \cdot \text{d}^{-1}$ . Este valor se reduciría a  $0,59 \text{ m}^2 \cdot \text{t}^{-1} \cdot \text{d}^{-1}$ , mediante la adición de 40 g/t de separán. Sin embargo no parece que sea necesario llegar a esa dosis si no que se alcanzarían valores prácticos con 20 g/t. La concentración en sólidos para 19 h de retención fué alta, 52-54 % (p/p). En definitiva se puede afirmar que el espesamiento de concentrados de este tipo no presentará problemas.

b) Filtración. La filtración de la pulpa espesa se estudió con un filtro de hoja a vacío. No se entrará en detalles sobre la misma. Únicamente se señala que :

- el área unitaria fué de  $0,35 \text{ m}^2/\text{t/d}$ ,      y
- la humedad de la torta fué del 13 %.

#### 6.7.7. Resumen sobre la flotación de residuos.

Esquematizando toda la exposición anterior, conviene retener los puntos de :

a) Desde el punto de vista metalúrgico práctico conviene retener la flotación de los residuos globales frente a las operaciones separadas

**Tabla 25. Sedimentación de concentrados de flotación.**

| Tiempo<br>min (h)  | Floculante y dosis (g/t) |         |      |      |      |
|--|--------------------------|---------|------|------|------|
|  | Ninguno                  | Separán |      |      |      |
|  |                          | 0       | 10   | 20   | 30   |
| Altura de la interfase, mm   |                          |         |      |      |      |
| 0  | 443                      | 428     | 430  | 430  | 435  |
| 1  | 440                      | 425     | 420  | 420  | 425  |
| 2  | 438                      | 418     | 410  | 410  | 415  |
| 3  | 433                      | 413     | 400  | 397  | 404  |
| 4  | 427                      | 407     | 387  | 385  | 391  |
| 5  | 423                      | 400     | 380  | 376  | 378  |
| 6  | 417                      | 393     | 370  | 362  | 367  |
| 7  | 413                      | 388     | 362  | 353  | 355  |
| 8  | 409                      | 383     | 353  | 343  | 345  |
| 9  | 405                      | 379     | 347  | 332  | 335  |
| 10   | 400                      | 371     | 336  | 324  | 322  |
| 15   | 379                      | 346     | 295  | 280  | 274  |
| 30   | 324                      | 276     | 201  | 197  | 198  |
| 45   | 274                      | 209     | 183  | 178  | 183  |
| 60   | 222                      | 192     | 172  | 170  | 173  |
| 90   | 193                      | 176     | 159  | 156  | 160  |
| 120  | 177                      | 166     | 150  | 148  | 151  |
| (3)  | 164                      | 152     | 138  | 136  | 140  |
| (4)  | 152                      | 142     | 130  | 130  | 134  |
| (6)  | 138                      | 131     | 121  | 120  | 123  |
| (8)  | 130                      | 125     | 117  | 117  | 119  |
| (19)   | 123                      | 118     | 111  | 110  | 112  |
| to, Tiempo correspondiente al punto crítico, min                           |                          |         |      |      |      |
|  | 74                       | 56      | 40   | 37   | 37   |
| tu, Tiempo determinante del área, min                                      |                          |         |      |      |      |
|  | 172                      | 148     | 109  | 93   | 87   |
| Area unitaria $m^2.t^{-1}.d^{-1}$ para descarga 50 % sólidos p/p           |                          |         |      |      |      |
|  | 1,15                     | 1,02    | 0,75 | 0,64 | 0,59 |
| Descarga para 19 h de retención, % sólidos p/p                             |                          |         |      |      |      |
|  | 51,8                     | 52,0    | 54,0 | 54,4 | 54,1 |
| Alimentación 20 % sólidos p/p ( <del>77</del> 23,5 % p/v); separán 0,1 g/l |                          |         |      |      |      |

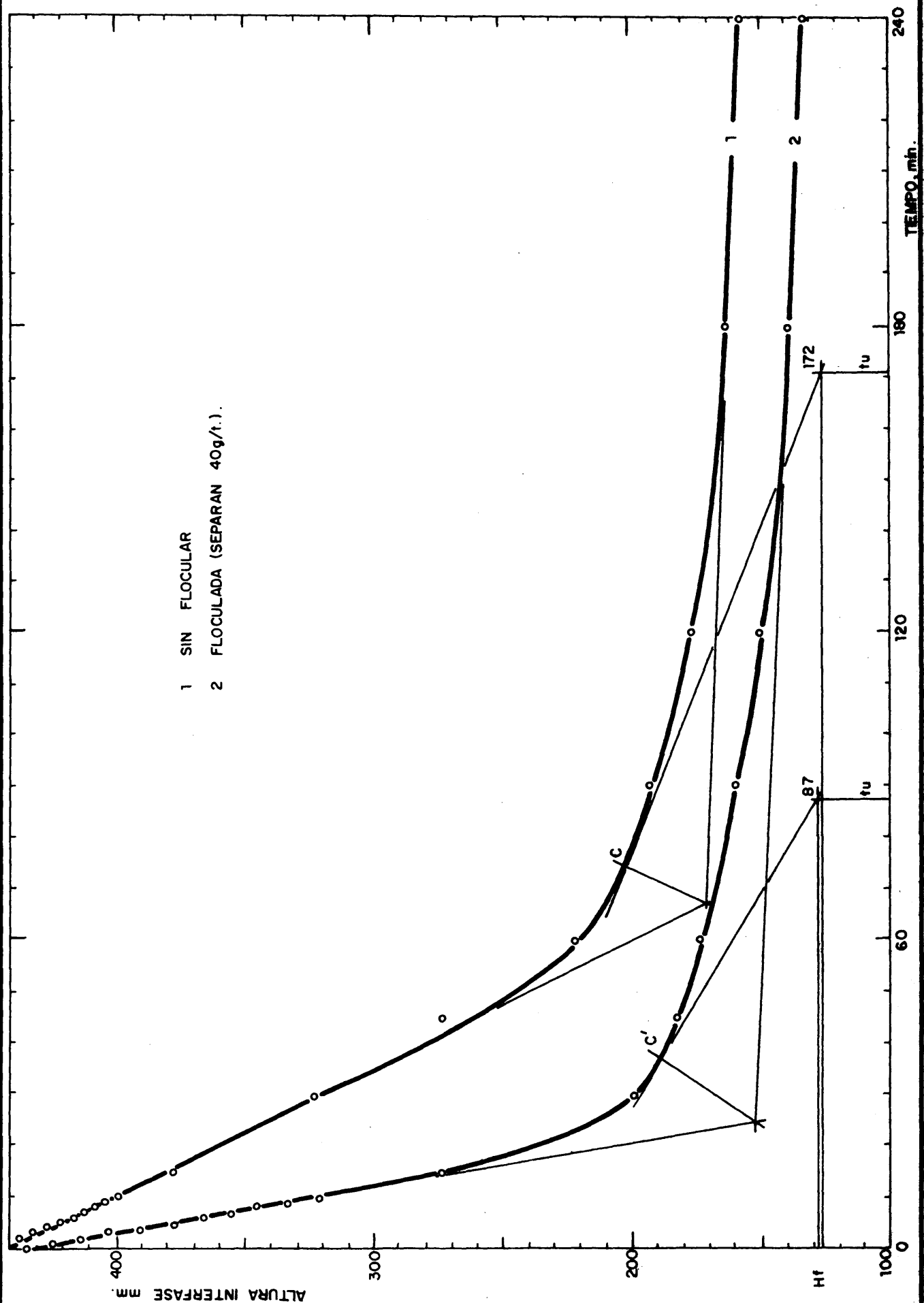


FIG.37.-SEDIMENTACION DE CONCENTRADOS DE FLOTACION.

sobre arenas y sobre lamas. La recuperación probable fué de 84,8 % del cobre y del 13,1 % en peso con un concentrado de desbaste con el 12,6 % en Cu.

b) La flotación con xantatos fué bien pero interesan mezclas de co<sub>2</sub>lectores (etil y butilxantato) a dosis total de 120 g/t y con 20 min de flotación. Conviene pulpa ligeramente alcalina ( pH 8) y al 20 % en sólidos.

c) El refino del concentrado de desbaste hasta leyes superiores al 20 % (23,6 % Cu, p. ej.) con recuperaciones del 89,8 % del cobre es factible. Las colas habría que reciclarlas al desbaste.

d) El refino exige alévar al pH a 11,5 para deprimir la pirita y trabajar con pulpa diluida, 15 % en sólidos, y tiempo largo, 20 min, así como la adición de espumante.

e) El comportamiento físico de los concentrados de flotación fué bueno. Con 40 g/t de floculante las necesidades de área unitaria eran de 0,5 m<sup>2</sup>/t/d y las descargas tenían el 54 % pp en sólidos. La filtración hasta el 13 % de humedad requería un área unitaria de 0,35 m<sup>2</sup>/t/d.

## **CAPITULO VII**

**ESTUDIOS  
EN  
PLANTA  
PILOTO**

## 7. ESTUDIOS EN PLANTA PILOTO.

Los ensayos se orientaron fundamentalmente a confirmar las condiciones de trabajo establecidas por la experimentación a escala de laboratorio y los resultados obtenidos en las mismas. El estudio comprendió el diagrama completo de tratamiento (figura 11), según la versión de lixiviación previa del mineral (capítulo 6), es decir :

- degradación de tamaño.
- lixiviación ácida.
- lavado por decantación en contracorriente.
- recuperación del uranio de los líquidos.
- recuperación del cobre solubilizado.
- neutralización y flotación de los residuos sólidos para recuperar el cobre contenido en los mismos.

La exposición sigue el orden del diagrama de flujo. Los resultados obtenidos se comparan con los resultantes a escala de laboratorio y por último se hace un resumen general que comprende las diferentes fases, condiciones óptimas en las mismas y resultados a esperar.

### 7.1. Degradación de tamaño.

Esta operación tuvo como misión reducir el tamaño del mineral desde el de llegada hasta a uno que permitiese el acceso de los líquidos lixiviantes a las especies minerales portadoras del uranio. Se realizó en dos fases, una de trituración seca y otra de molienda húmeda. Desde el punto de vista de investigación la información obtenida fué limitada, pues el equipo disponible era muy superior a la capacidad a que realmente se trabajó. Los datos fundamentales se refieren a :

- consumo de hierro en molienda,
- distribuciones granulométricas, y
- eficacia de clasificación.

#### 7.1.1. Trituración.

La trituración primaria se realizó con la machacadora de mandíbulas del circuito de muestreo mecánico (3.1.2). Su descarga se alimenta-



ba al triturador secundario, de cono, que se ha descrito antes (3.1.4.) y que trabajó en circuito cerrado con una criba con tamiz de 15 mm. El producto resultante constituía la alimentación al molino y tuvo la granulometría que se indica en la figura 38. La línea de distribución tuvo dos tramos rectos con cambio de pendiente en el tamaño de aproximadamente 1 mm. El tamaño para el que se tendría el 80 % de cernido sería el de 5,5 mm.

#### 7.1.2. Molienda.

Se realizó en el equipo descrito con anterioridad (3.3.2.). El molino disponible era relativamente grande (0,8 m D x 1,0 m L ó 2,62 ft D x 3,28 ft L). La capacidad de molienda para el mineral problema, con un tamaño de alimentación inferior a 15 mm (80 % de cernidos a 5,5 mm) y llegando a un producto que pasase por completo por 35-~~m~~ (80 % de cernidos por 0,14 mm), sería (6.1) :

$$Q = 1,08 \times f \times D^{2,7} \times L$$

donde,

$$\begin{aligned} f &= \text{coeficiente de molienda,} & 0,54 \\ D &= \text{diámetro en pies,} & 2,62 \\ L &= \text{longitud en pies,} & 3,28, \quad y \end{aligned}$$

$$Q = 1,08 \times 0,54 \times (2,62)^{2,7} \times 3,28 = 25,86 \text{ st/d} \approx 23,5 \text{ t/d}$$

o sea de unos 977 kg/h.

La carga de bolas correspondiente a un llenado del 40 % del volumen del molino, y suponiendo una densidad aparente de la carga de 290 lb/ft<sup>3</sup>, sería :

$$V_p = \left[ (\pi D^2/4) L \right] 0,4 = (3,14 \times 2,62^2/4)(3,28)(0,4) = 7,07 \text{ ft}^3$$

$$C = (7,07 \text{ ft}^3)(290 \text{ lb/ft}^3) = 2.050,3 \text{ lb} \approx 930,8 \text{ kg}$$

Las posibilidades de molienda de este equipo eran muy superiores a las disponibles para el resto del circuito de la planta piloto, cuyo tope es

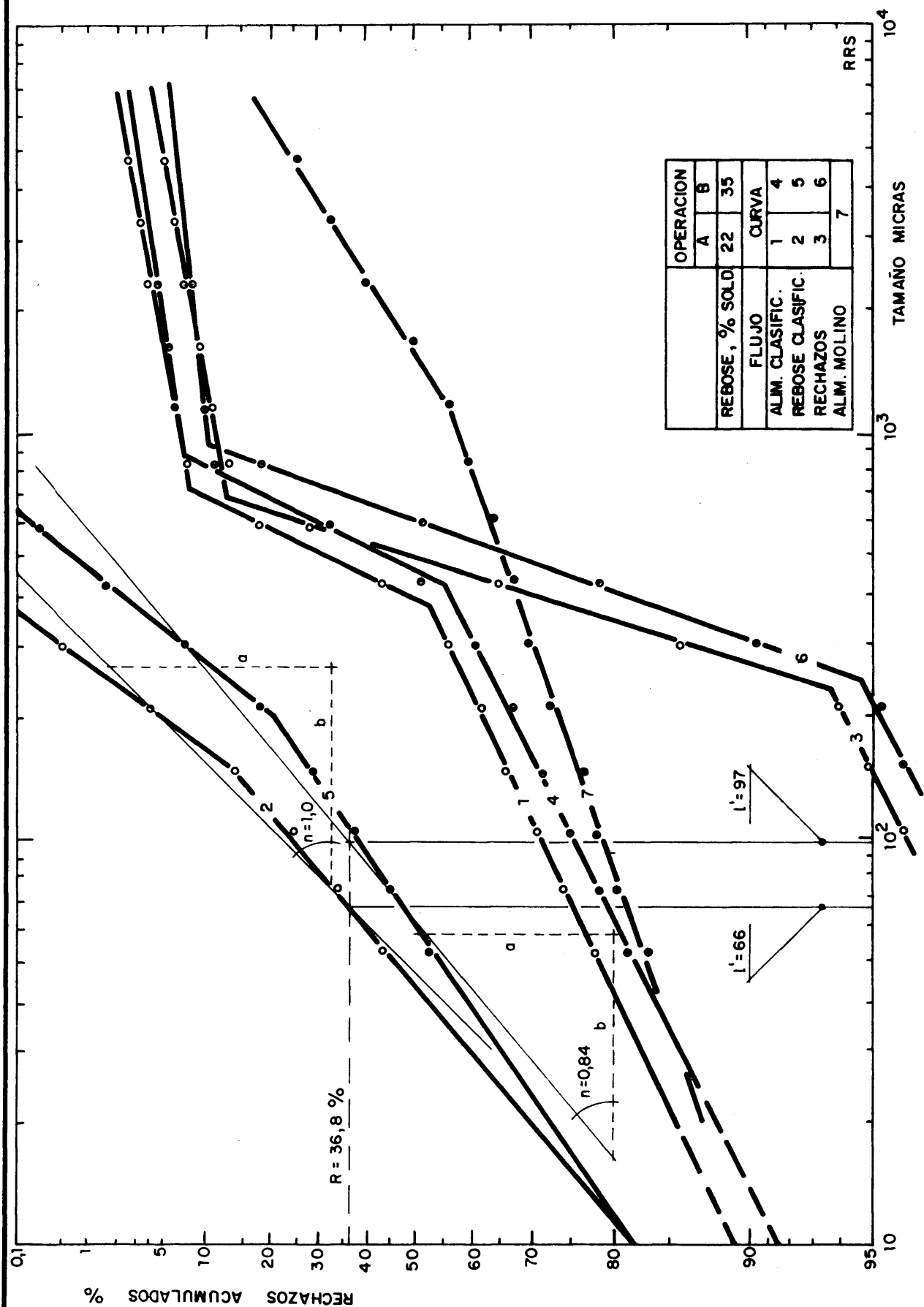


FIG.38-MOLIENDA CONTINUA EN PLANTA PILOTO, OPERACION DEL CLASIFICADOR.

taba en un orden de 250 kg/h. Para reducir la capacidad de molienda se disminuyó la carga de bolas a unos 250 kg; esto representaría un volumen aparente de llenado de aproximadamente el 11 % del volumen del molino.

El diámetro máximo de las bolas se dedujo a partir de la fórmula de Bond (231) :

$$B = \sqrt{\left(\frac{FWH}{KC_n}\right) \sqrt{S/D}} \simeq 1\frac{1}{2}$$

en donde,

- F = tamaño del 80 % de cereales en la alimentación en micras (5.500),
- W = índice de molienda 6,3 kwh/t,
- C<sub>n</sub> = porcentaje de velocidad crítica a la que gira el molino, ~90 %,
- S = densidad relativa del mineral, 2,8
- D = diámetro interior del molino en pies,
- K = constante 200 para molino de bolas en circuito cerrado con clasificador, y
- B = diámetro de las bolas nuevas en pulgadas.

La distribución de tamaños para la carga de bolas al molino se seleccionó a partir del tamaño máximo B, utilizando la fórmula de Bond ( ) que da la distribución de equilibrio en los molinos de bolas :

$$Y = 100 (X/B)^m$$

en donde,

- Y = porcentaje de la carga en equilibrio que pasa al tamaño X, y
- m = es un coeficiente característico del molino y que para el de bolas vale 3,84.

La distribución (% que pasa, acumulado) fue :

1 1/2" (100); 1 1/4" (48,9)  
1" (29,4) y 3/4" (6,9)

El consumo de hierro en molienda se determinó por pesada de la carga total de bolas, antes y después de la molienda. En uno de los en sayos, en que se habían molido 23,6 t de mineral, la pérdida de peso en la carga de bolas fué de 12,5 kg, y en consecuencia el consumo de hierro del medio de molienda fué de 0,53 kg/t.

El tamaño del producto molido y clasificado depende fundamentalmente de la densidad de pulpa en el clasificador. En la figura 38 se indican las distribuciones granulométricas de la descarga del molino, rebo se y rechazos del clasificador para dos concentraciones diferentes, 22 y 35 % de sólidos en el rebose del clasificador. Como comentario a la misma cabe agregar :

a) La distribución granulométrica de los productos acabados (curvas 2 y 5) se adapta a líneas quebradas formadas por dos semirrectas. Trazando una línea recta media, resultaría una distribución más uniforme para la molienda fina ( $n = 1,0$   $l' \approx 66 \mu$ ) que para la gruesa ( $n = 0,84$  y  $l' = 97 \mu$ );  $n$ , coeficiente de uniformidad y  $l'$  tamaño medio estadístico (196).

b) El tamaño nominal de la reducción es de 48-m para el 22 % en sólidos y de 35-m para el 35 % en sólidos. Los tamaños correspondientes al 80 % de cerridos serían de 120  $\mu$  y 190  $\mu$ , respectivamente. A ellos corresponderían unas relaciones de reducción ( $C80 \%_g = 5,5$  mm) de 46 y 29 que, aunque altas, se acercan a los valores normales en la industria. Para la operación en planta tal vez interesase clasificar a un valor intermedio, p.ej.: 28 % en sólidos.

c) Las distribuciones de los productos de molienda y de los rechazos del clasificador se adaptan a una línea quebrada en 8.

d) La carga circulante para cada operación se puede calcular (233) a partir de los análisis de tamizado, utilizando la fórmula :

$$CC = 100 (p - m)/(m - r)$$

en donde,

CC = carga circulante, %  
p = cernido acumulado en el producto, %  
m = cernido acumulado en la descarga del molino, %  
r = cernido acumulado en el rechazo del clasificador

Para la operación del 22 % y el tamiz 48-m estos valores son : p = 99,5; m = 44,3 y r = 14,0. La carga circulante resultó del 182 %.

Para la operación del 35 % y el tamiz de 35-m los valores anteriores fueron : p = 98,0; m = 49,6 y r = 21,5. La carga circulante resultante fué del 172,5 %.

e) La eficacia del clasificador se puede calcular también (234) a partir de los análisis de tamizado por la fórmula :

$$E = 10^4 \frac{(p-a)(a-r)}{a(100-a)p-r}$$

en donde,

E = eficacia (%) respecto a la proporción del tamaño de corte clasificado existente en la alimentación.

a = cernido acumulado (%) en la alimentación.

el resto de la símbolos tienen el mismo significado que antes.

Calculando la eficacia para los dos tamaños del producto 48-m (a = 30 %) y -35-m (a = 33 %). Los valores resultantes para la eficacia son del 62 % y 44,3 %, para las operaciones al 22 % y a 33 % en sólidos respectivamente. La mejor eficacia obtenida para la pulpa diluida hay que atribuirle a la menor viscosidad de la misma.

#### 7.1.3. Comparación con los ensayos de laboratorio.

Comparando las distribuciones granulométricas resultantes de la operación en planta piloto, con las obtenidas en los ensayos de laboratorio, se ve que :

a) La operación se puede hacer con los datos del molino de barras pero no con los del de bolas.

b) la granulometría de la planta es intermedia entre los resultados del circuito abierto y de los ensayos cíclicos en circuito cerrado. En la parte fina de la línea hay coincidencia. En la parte gruesa los ensayos cíclicos tienen mayor pendiente, debido a la mejor eficacia de clasificación en la operación de laboratorio.

c) La molienda en la planta piloto se realizó con una pulpa al 70 % de sólidos en el molino. La velocidad de alimentación fue de 390 kg/h para el ensayo con el 22 % en sólidos y de 450 kg/h para el 35 %. La molienda a tamaño más grueso supuso un incremento del 15,4 %. La producción media (420 kg/h) referida a la carga de bolas fue de 1,68 kgh/kg. Ensayos realizados con cargas menores de bolas (175 kg) dieron capacidades del orden de 200 kg/h que equivaldrían a 1,15 kg/kg; este valor mas bajo se podría atribuir a una menor eficacia de las bolas al estar el molino casi vacío (8,6 % de su volumen).

## 7.2. Espesamiento neutro.

En esta operación se trataba de eliminar agua de la pulpa, rebose del espesador, a fin de tener una suspensión espesa ( $\geq 90$  % sólidos) adecuada para lixiviación. La disponibilidad de una pulpa espesa en ataque es importante pues permite utilizar equipo más pequeño y tener concentraciones de reactivos más altas aun para una misma dosificación.

En la experimentación se trató de :

- lograr pulpas espesas,
- obtener reboses claros,
- determinar el compromiso conveniente, entre las exigencias de área unitaria y la dosificación de floculantes, para lograr los dos objetivos citados de proceso.

Los ensayos se realizaron con el equipo descrito anteriormente (3.3.2.). En ellos la pulpa diluida procedente del rebose del clasificador se alimentaba a una canal. Allí recibía una solución diluida (0,5 g/l) de floculante. La descarga del espesador se retiraba con una bomba OD8 de membrana y de una pulgada.

En la programación se partió de un área unitaria razonable, próxima a un  $\text{m}^2/\text{t}/\text{d}$ , y se controló la dosificación de floculante para tener una capa de líquido de aproximadamente 0,5 m de espesor.

En realidad el promedio de sólidos tratados durante la experimentación controlada fué de 200 kg/h. Esto equivalía a un área unitaria de 0,92  $\text{m}^2/\text{t}/\text{d}$ . El consumo de floculante macromolecular sintético (separán) fué de 9 g/t de mineral. La descarga tuvo una concentración media en sólidos del  $50,2 \pm 1,5 \%$ , expresada como peso en peso.

Comparando estos resultados con los obtenidos a escala discontinua se ve que en planta piloto la operación fué mejor. Las necesidades de área unitaria fueron más reducidas (14 %) y la descarga fué más concentrada (12 %). Por consiguiente los resultados de laboratorio se pueden considerar seguros y utilizables para diseño.

### 7.3. Lixiviación.

En los ensayos de laboratorio (6.3) se vió que había algunas variables (oxidante y tamaño de grano fino) que no influían sobre la solubilización del uranio durante la lixiviación. Por el contrario, había otras (dosis de ácido, temperatura y tiempo de agitación) que su valor condicionaba al rendimiento; además estas variables también tienen una gran influencia en los costes, bien de inversión u operación.

En los trabajos realizados a escala de planta piloto se trató de ver :

- si el paso de escala influía en los resultados,
- si se producía degradación de tamaño durante la lixiviación,
- como variaba la distribución de uranio y cobre en alimentación y residuos.

También se pretendía obtener material para continuar al estudio de las siguientes etapas (lavado, recuperación, etc.) del proceso. En ocasiones, cuando se estaba realizando una experiencia, el sistema se so-metió a un control rígido tratando de que las condiciones se mantuviesen

lo más constante posibles; en otros casos se permitió una mayor libertad al sistema aunque en un entorno próximo al tratamiento establecido.

### 7.3.1. Influencia de las diferentes variables.

Aquí se consideraron las variables fundamentales citadas antes, es decir :

|                         |                           |   |   |
|-------------------------|---------------------------|---|---|
| A, dosis de ácido, kg/t | 125 (1)                   | y | 150 (a)                                   |
| B, temperatura, °C      | 40 (1)                    | y | 50 (b)                                    |
| C, tiempo, h            | 6(1), 12(C <sub>1</sub> ) |   | 18(C <sub>2</sub> ), 24 (C <sub>3</sub> ) |

El mineral se había molido en continuo a un tamaño nominal de -48- $\mu$ . Luego se espesó al 50 % en sólidos y esta pulpa fué la que se sometió a la lixiviación. En los ensayos con 125 kg ácido/t el calor de dilución del ácido fué suficiente para alcanzar 41 °C en la pulpa. Con 150 kg ácido/t se alcanzaban los 50 °C. Cuando se trabajaba con dosis altas de ácido y temperatura baja el ácido se diluyó previamente al 90 % pp. Los ensayos se hicieron por duplicado.

En la tabla 26 y en la figura 39 se recogen los resultados medios para las respuestas más importantes. Las desviaciones típicas resultantes para estas respuestas, obtenidas con 16 grados de libertad, fueron :

|   |     |
|---|-----|
| - pérdida de uranio en residuos, g U <sub>3</sub> O <sub>8</sub> /t | 16  |
| - solubilización de uranio, %                                       | 1,7 |
| - solubilización de cobre, %  | 2,3 |

En la figura 39 se han indicado también los resultados más probables deducidas de los ensayos de laboratorio para las pérdidas de uranio. Comparando los resultados de las diferentes escalas se ve que :

- los datos correspondientes a tiempos de agitación de 12 h, ó más, fueron bastante parecidas en ambas escalas.

- para tiempos cortos (6 h) las pérdidas en planta piloto fueron bastante más altas que las extrapoladas de laboratorio. Hay que hacer notar que esos puntos de 6 h no se incluyeron en el diseño experimental de laboratorio y, en consecuencia, la extrapolación a tiempos cortos, en que el pro-



Tabla 26. Resultados de la lixiviación a escala de planta piloto.

| Variables (s) |         |        | Pulpa |     | Líquido |                                    | Residuos (mm)                     |               | Solubilización, % |       |
|---------------|---------|--------|-------|-----|---------|------------------------------------|-----------------------------------|---------------|-------------------|-------|
| A<br>kg/t     | B<br>gC | C<br>h | pH    | mV  | Cu g/l  | U <sub>3</sub> O <sub>8</sub> mg/l | U <sub>3</sub> O <sub>8</sub> g/t | Ley<br>Périda | Urando            | Cobre |
| 125           | 40      | 6      | 0,8   | 370 | 31,5    | 730                                | 188                               | 175           | 81,0              | 62,8  |
|               |         | 12     | 0,8   | 375 | 32,8    | 796                                | 147                               | 137           | 85,1              | 64,8  |
|               |         | 18     | 0,9   | 370 | 33,5    | 782                                | 146                               | 136           | 85,2              | 65,8  |
|               |         | 24     | 1,0   | -   | 33,2    | 786                                | 142                               | 132           | 85,6              | 65,4  |
| 50            |         | 6      | 0,9   | 370 | 32,9    | 784                                | 159                               | 145           | 84,2              | 65,3  |
|               |         | 12     | 0,9   | 380 | 33,9    | 783                                | 133                               | 121           | 86,8              | 66,9  |
|               |         | 18     | 1,0   | 380 | 33,9    | 820                                | 132                               | 120           | 86,9              | 67,6  |
|               |         | 24     | 1,1   | -   | 34,8    | 805                                | 131                               | 119           | 87,0              | 68,1  |
| 150           | 40      | 6      | 0,6   | 380 | 33,1    | 821                                | 125                               | 115           | 87,5              | 64,7  |
|               |         | 12     | 0,8   | 375 | 33,4    | 804                                | 117                               | 108           | 88,2              | 66,3  |
|               |         | 18     | 0,9   | 380 | 34,1    | 810                                | 112                               | 103           | 88,8              | 67,0  |
|               |         | 24     | 1,0   | 380 | 34,3    | 830                                | 110                               | 101           | 89,0              | 68,0  |
| 50            |         | 6      | 0,9   | 380 | 35,2    | 803                                | 111                               | 100           | 89,1              | 68,3  |
|               |         | 12     | 0,8   | 370 | 36,4    | 829                                | 108                               | 97            | 89,4              | 72,2  |
|               |         | 18     | 0,9   | 380 | 37,1    | 812                                | 107                               | 96            | 89,5              | 73,4  |
|               |         | 24     | 1,0   | -   | 36,9    | 827                                | 103                               | 93            | 89,9              | 73,7  |

(s) A, dosis de ácido; B, temperatura; C, tiempo.

(mm) Pérdidas de peso estimadas para el ataque : 7 % (125 kg/t y 40 °C); 9 % (125 kg/t y 50 °C); 8 % (150 kg/t y 40 °C) y 10 % (150 kg/t y 50 °C).

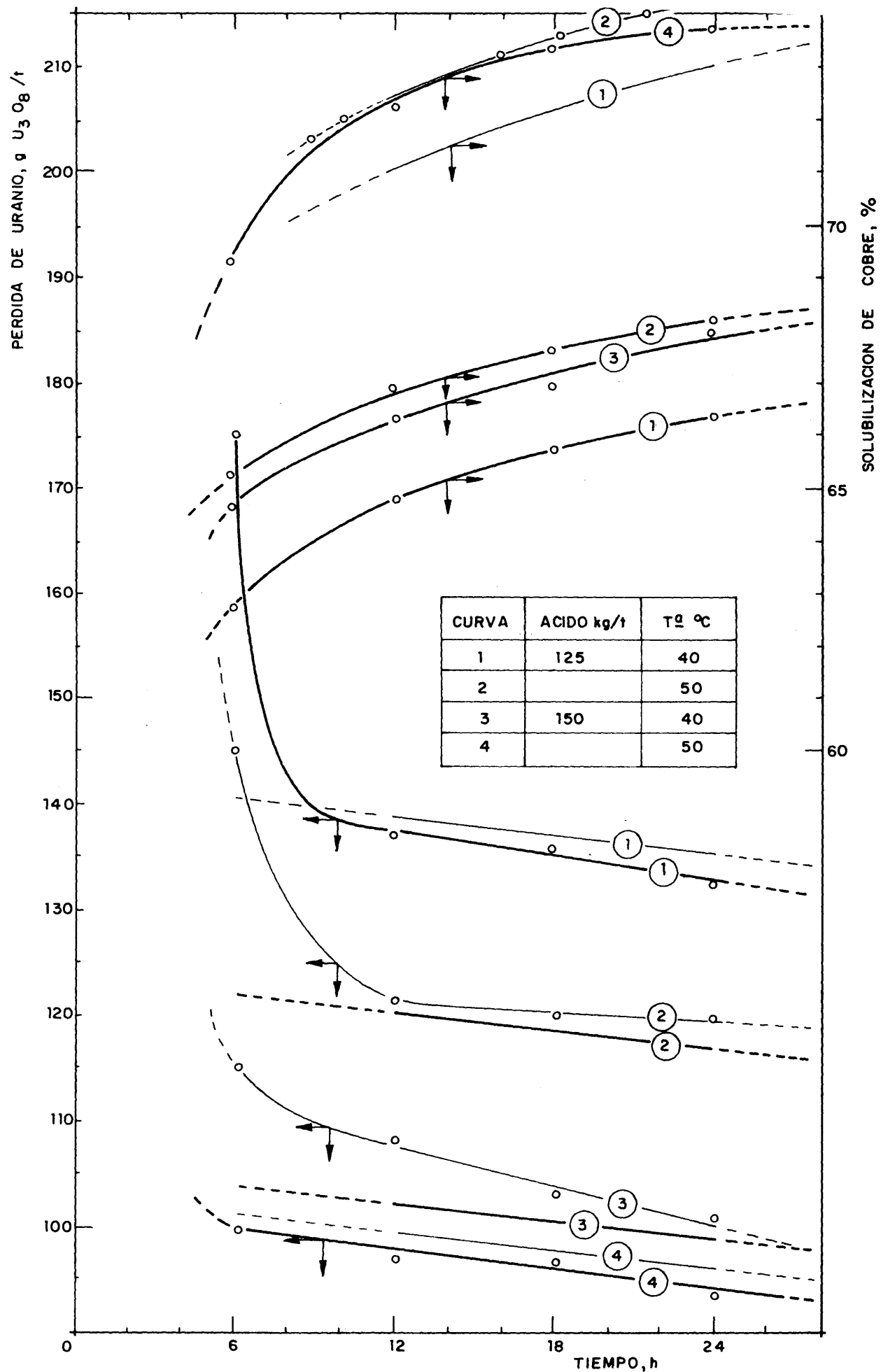


FIG.39.—RESULTADOS DE LIXIVIACION EN PLANTA PILOTO.

ceso tiene la velocidad más alta, no es factible.

- el ácido y la temperatura influyeron de forma parecida a la operación en laboratorio. También parece que existió la interacción ácido-temperatura pues a dosis altas de ácido la influencia de la temperatura fué baja.

En resumen se puede concluir que desde un punto de vista práctico no interesaban tiempos de lixiviación inferiores a 12 h, a menos que las condiciones de ataque fuesen muy fuertes (150 kg/t de ácido y 50 °C). Las pérdidas de uranio se redujeron a medida que se intensificaban las condiciones de ataque. Sin embargo, desde el punto de vista económico habría que incluir en la comparación el coste del tratamiento. Dado que los resultados de ambas escalas, laboratorio y piloto, fueron parecidas se considera válida la discusión hecha antes (6.3.2).

En definitiva se puede admitir que los resultados de laboratorio son extrapolables a escala de planta piloto y razonablemente también a escala industrial, especialmente cuando la operación se aproxima a la zona de evolución lenta, que por otra parte es la que interesa más, desde el punto de vista práctico.

La solubilización de cobre fué sensible a la prolongación del tiempo de ataque. Unas tres unidades en el intervalo total (6-24 h) para las condiciones más suaves y casi cinco unidades en las condiciones más drásticas.

La elevación de la temperatura favoreció la disolución de cobre, unas dos unidades para 125 kg/t de ácido y unas seis unidades para dosis altas.

El efecto del aumento del aumento de la dosis de ácido tuvo mucha influencia cuando se combinó con la elevación de temperatura.

Comparando estos datos con los resultados de laboratorio (6.3.2) se ve que se obtuvieron valores más bajos en la planta piloto, solubilizaciones del 65 al 68 % para las condiciones más suaves frente al 71-74 % para el laboratorio. Dado que el cobre no disuelto se recuperaría por flotación, no se dedicó más atención a aclarar las diferencias de rendimiento entre ambas escalas de trabajo.

### 7.3.2. Degradación de tamaño.

En los ensayos en la planta piloto se trató de ver si había degradación de tamaño durante la lixiviación. Caso que la hubiese podría afectar desfavorablemente a la decentación. El control se realizó sobre una operación en la que se lixivió con 150 kg  $H_2SO_4$ /t, a 40 °C y durante 12 h. La granulometría se determinó sobre muestras tomadas al principio y al final del ataque.

Los resultados obtenidos se indican en la tabla 27 y en la figura 40. Como se ve, se trabajó con un material  $\sim 100\%$  inferior a 35- $\mu$  y cuyo tamaño de 80 % de cereidos correspondía aproximadamente a 215 micras. En el intervalo de control por tamizado hubo una ligera degradación de tamaño, que alcanzó como máximo a unas 2,5 unidades de porcentaje en el entorno de 100- $\mu$ . Para el conjunto de granulometría controlada (+270- $\mu$ ) la diferencia solo alcanzó 0,5 unidades.

### 7.3.3. Distribución de uranio y cobre.

En las muestras tomadas para la distribución granulométrica (7.3.2) se determinó uranio y cobre en las diferentes fracciones de tamizado. Los resultados obtenidos se indican en la tabla 27 y en la figura 40. Como comentario a las mismas cabe señalar,

#### a) Leyes de uranio.

Las leyes de uranio, en la alimentación, crecieron a medida que disminuía el tamaño de grano de la fracción. En realidad se tenía una fracción gruesa casi estéril (+48- $\mu$ ), otra (-48+270- $\mu$ ) de ley empobrecida y relativamente uniforme (615-875 ppm  $U_3O_8$ ) y otra (-270- $\mu$ ) muy enriquecida, con factor de concentración de 1,6.

En los residuos se tuvo una concentración relativamente baja (37-60 ppm) para toda la fracción gruesa (+270- $\mu$ ) y ley alta (222 ppm  $U_3O_8$ ) para la fracción fina (-270- $\mu$ ).

Si se considera la relación de la magnitud, diferencia de residuos

Tabla 27. Lixiviación de Cu en planta piloto. Distribución de peso, uranio y cobre.

| Temiz<br>Tyler  | Peso rechazos % |           | Ley      |      | Distribución U % |           | Distribución Cu % |           |
|---|-----------------|-----------|----------|------|------------------|-----------|-------------------|-----------|
|   | Parcial         | Acumulado | U3O8 g/t | Cu % | Parcial          | Acumulado | Parcial           | Acumulado |
| A L I M E N T A C I O N   |                 |           |          |      |                  |           |                   |           |
| 35  | 1,9             | 1,9       | 100      | 1,08 | 0,2              | 0,2       | 0,4               | 0,4       |
| 48  | 7,2             | 9,1       | 245      | 1,35 | 1,8              | 2,0       | 1,9               | 2,3       |
| 65  | 13,9            | 23,0      | 615      | 2,66 | 9,0              | 11,0      | 7,2               | 9,5       |
| 100   | 14,7            | 37,7      | 705      | 4,65 | 10,9             | 21,9      | 13,3              | 22,8      |
| 150   | 12,4            | 50,1      | 685      | 5,56 | 9,0              | 30,9      | 13,4              | 36,2      |
| 200   | 9,0             | 59,1      | 730      | 5,60 | 6,9              | 37,8      | 9,8               | 46,0      |
| 270   | 5,0             | 64,1      | 875      | 5,66 | 4,6              | 42,4      | 5,5               | 51,5      |
| -270  | 35,9            | 100,0     | 1.520    | 6,96 | 57,6             | —         | 48,5              | —         |
| TOTAL   | —               | Calculada | 950      | 5,14 | —                | —         | —                 | —         |
| R E S I D U O S   |                 |           |          |      |                  |           |                   |           |
| Temiz<br>Tyler  | Peso rechazos % |           | Ley %    |      | Distribución U % |           | Distribución Cu % |           |
|   | Parcial         | Acum.     | U3O8 g/t | Cu % | Parcial          | Acumulado | Parcial           | Acumulado |
| 35  | 1,4             | 1,4       | 40       | 0,13 | 0,5              | 0,5       | 0,1               | 0,1       |
| 48  | 7,5             | 8,9       | 45       | 0,12 | 3,0              | 3,5       | 0,6               | 0,6       |
| 65  | 12,6            | 21,5      | 60       | 0,25 | 6,7              | 10,2      | 2,3               | 2,3       |
| 100   | 13,5            | 35,0      | 60       | 0,73 | 7,3              | 17,5      | 7,7               | 7,7       |
| 150   | 14,1            | 49,1      | 37       | 1,50 | 4,7              | 22,2      | 19,3              | 19,3      |
| 200   | 9,4             | 58,5      | 43       | 2,18 | 3,6              | 25,8      | 30,5              | 30,5      |
| 270   | 5,2             | 63,7      | 47       | 2,11 | 2,2              | 28,0      | 36,5              | 36,5      |
| -270  | 36,3            | 100,0     | 222      | 3,20 | 72,0             | —         | —                 | —         |
| TOTAL   | —               | Calculada | 112      | 1,83 | —                | —         | —                 | —         |
| (*) Solubilización aproximada = $\left[ \frac{(\text{Ley Al} - \text{Ley Res.})}{(\text{Ley Alim.})} \right] 100$ |                 |           |          |      |                  |           |                   |           |
| 35  | 1,4             | 1,4       | 40       | 0,13 | 0,5              | 0,5       | 0,1               | 0,1       |
| 48  | 7,5             | 8,9       | 45       | 0,12 | 3,0              | 3,5       | 0,6               | 0,6       |
| 65  | 12,6            | 21,5      | 60       | 0,25 | 6,7              | 10,2      | 2,3               | 2,3       |
| 100   | 13,5            | 35,0      | 60       | 0,73 | 7,3              | 17,5      | 7,7               | 7,7       |
| 150   | 14,1            | 49,1      | 37       | 1,50 | 4,7              | 22,2      | 19,3              | 19,3      |
| 200   | 9,4             | 58,5      | 43       | 2,18 | 3,6              | 25,8      | 30,5              | 30,5      |
| 270   | 5,2             | 63,7      | 47       | 2,11 | 2,2              | 28,0      | 36,5              | 36,5      |
| -270  | 36,3            | 100,0     | 222      | 3,20 | 72,0             | —         | —                 | —         |
| TOTAL   | —               | Calculada | 112      | 1,83 | —                | —         | —                 | —         |

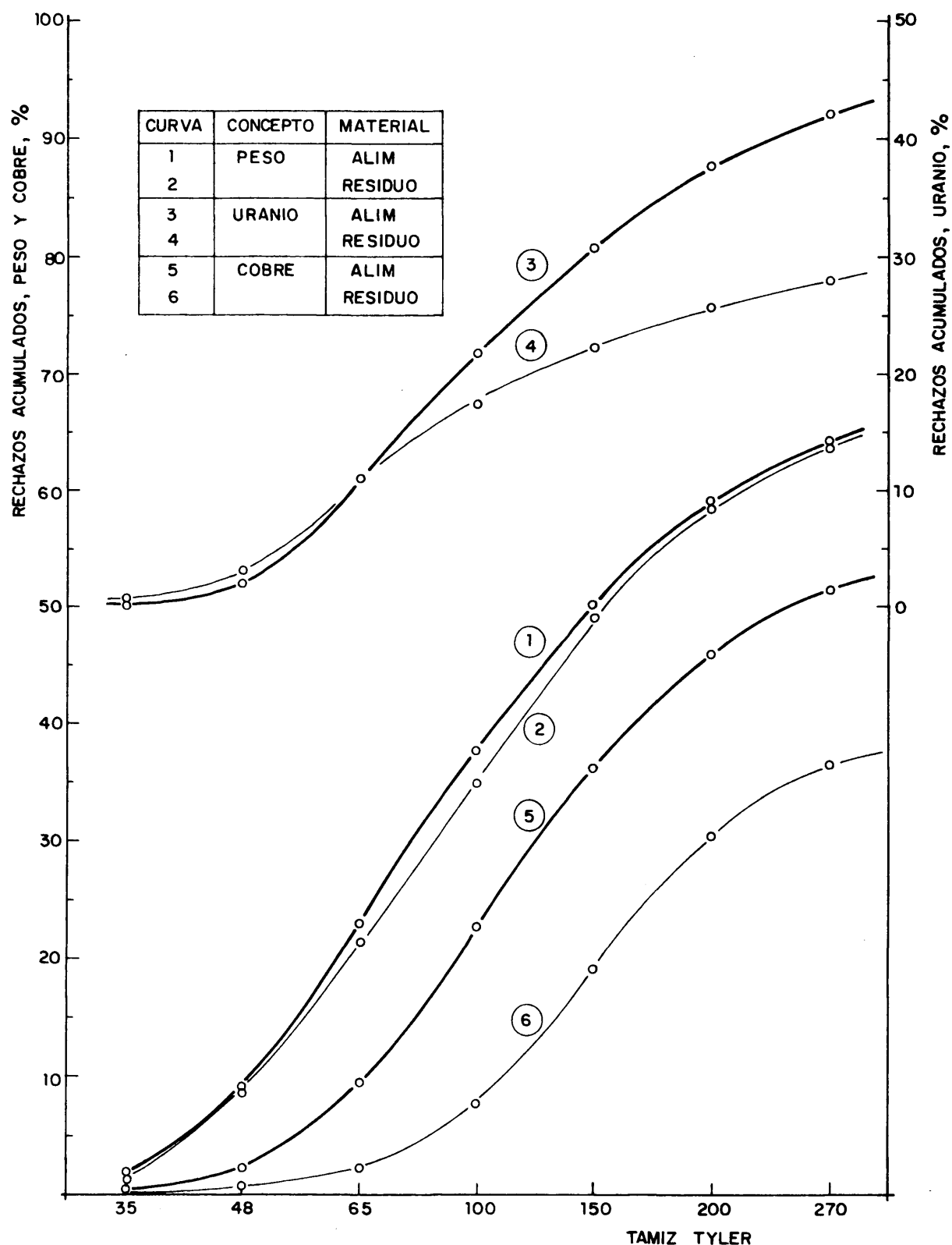


FIG.40.—LIXIVIACION EN PLANTA PILOTO DISTRIBUCION TAMAÑO URANIO Y COBRE.

a ley de igual fracción de alimentación y dividida por ésta, se tendría una idea de la eficacia de la lixiviación en los diferentes tamaños. Se vió que esta relación fué baja en las fracciones gruesas, luego aumentó hasta una meseta (94 %) para el intervalo de tamaño de  $-100\text{-}\mu$  a  $+270\text{-}\mu$  y finalmente cayó a un valor de 86,4 % para los finos. Los valores que resultaron en la fracción gruesa fueron bastante lógicos en función de consideraciones de liberación o accesibilidad. El resultado para la zona de finos fué ilógico, a menos que se presentase un bloqueo del uranio en limonitas similar al que P. Gasós (47) encontró para las pizarras uraníferas de Salamanca. La correlación entre la ley del uranio en residuos y hierro disuelto, discutida anteriormente (6.3.2), apoya esta suposición.

#### b) Distribución de uranio.

Las distribuciones de uranio en alimentación y residuos dieron unas curvas en forma de S que coincidieron en su parte gruesa ( $+65\text{-}\mu$ ) pero se apartaron luego, con un desplazamiento de la cantidad de uranio hacia la fracción fina, que fué mucho más marcado en la correspondiente a los residuos, pues mientras que en la alimentación el 48,5 % del uranio estaba en la fracción de  $-270\text{-}\mu$ , en los residuos esta fracción tenía el 63,5 % del total.

#### c) Leyes de cobre.

Para el cobre se presentó una situación similar aunque menos marcada que en el uranio. Las fracciones finas tuvieron leyes más altas que las gruesas. Este hecho fué más notorio en los residuos que en la alimentación.

En la tabla 27 se recoge también la relación entre la magnitud de diferencia de leyes y la alimentación. En el caso del cobre la respuesta fué muy diferente a la del uranio. Las desapariciones de cobre más altas correspondieron a los tamaños gruesos,  $+100\text{-}\mu$ , luego fué disminuyendo según se redujo el tamaño de grano. Estos hechos no tienen una explicación lógica desde el punto de vista de solubilización del cobre, pues aparentemente los tamaños gruesos se deben lixiviar peor. No obstante, si se tienen en cuenta las leyes tan bajas en cobre que hubo en los tamaños gruesos, se

podría explicar por una combinación de lixiviación y degradación de tamaño de los minerales de cobre. Esto último vendría apoyado por la información geológica (2) que indica el carácter pulverulento y friable de los minerales de cobre de este yacimiento.

Como consecuencia de lo anterior se deduce que desde el punto de vista de recuperación del cobre de los residuos (flotación) no habría que preocuparse por los tamaños gruesos, pero que serían de esperar dificultades debido a la presencia de finos.

#### d) Distribución de cobre.

Las distribuciones de cobre tuvieron la misma forma en S que la de tamaños y uranio. En este caso la distribución de cobre de la alimentación fué casi paralela a la de tamaños, con excepción del principio. La de los residuos tuvo el mismo hábito pero estaba más alejada pues para las fracciones gruesas (+270- $\mu$ ) había poco cobre (36,5 %). La proporción que representarían los tamaños gruesos, con criterio de flotación (+65- $\mu$ ), sería muy baja, 2,3 % de los residuos, o aproximadamente el 0,8 % del cobre presente en la alimentación original. De nuevo se ve aquí la atención que en la flotación habría que dedicar a la presencia de finos.

### 7.4. Lavado por decantación en contracorriente.

#### 7.4.1. Objetivos y condiciones.

En los ensayos de laboratorio (6.4) se vió que la decantación y espesamiento de las suspensiones resultantes del ataque era peor que el que se obtenía con pulpas neutras. Era necesario el empleo de floculante a dosis relativamente altas (80 g/t) para tener áreas razonables (0,8 - 1 m<sup>2</sup>/t/d). También se tenían descargas algo bajas (44 % pp en sólidos), y las condiciones de lixiviación influían en la respuesta.

A escala de planta piloto se trató de confirmar y completar los resultados de laboratorio. En resumen se trató de ver :

- la influencia de las condiciones de ataque considerando las que se indican luego.



- la dosificación y distribución necesarias de floculante.
- los resultados (claridad de líquidos, descargas y eficacia de la vado) resultantes en la operación.

También, al igual que otras operaciones, se trataba de obtener mate rial (líquidos y residuos) para continuar las siguientes etapas del proceso (cambio de ión, cementación y flotación).

El sistema de lavado tenía cuatro espesadores (1,2 m  $\phi$  x 1 m de altura) que trabajaron en un circuito en serie y con contracorriente de líqui dos y sólidos. El sistema también tenía repulpadores entre cada etapa a fin de lograr el equilibrio. El flujo de líquido se fraccionaba en dos, una, la mayor, que se agregaba al repulpador y otra que se empleaba para diluir el floculante. Como líquido de lavado se utilizó agua en una relación teórica de lavado de 3 m<sup>3</sup>/t; pero en la realidad se recuperó algo más (2,8 á 3,0 m<sup>3</sup>/t) de solución fértil que la que correspondería a la concentración de descargas. Esto fué debido al agua de limpieza en los atascos frecuentes en circuitos pequeños.

La velocidad de tratamiento estuvo comprendida entre 115 y 173 kg/h de sólidos, impuesta por las bombas disponibles. Esto representaba un área unitaria relativamente baja 0,36 y 0,24 m<sup>2</sup>/t/d.

El floculante se agregó según exigencias, es decir, se trabajó pro curando tener una capa de líquido claro de espesor constante (15 - 25 cm), y este condicionamiento imponía la dosificación de floculante que se variaba según la evolución de la citada capa. Las exigencias de floculante variaron según la etapa en consideración, en la hipótesis inicial se estimó que el 60 % se agregaría en la primera etapa, el 20 % en la segunda y el resto, a cantidades iguales en las restantes.

Las condiciones de lixiviación en las que se obtuvieron las pulpas fueron semejante a las utilizadas para la decantación en el laboratorio (6.4), se varió la dosis de ácido, la temperatura y el tiempo de ataque para tener las cuatro asociaciones de lixiviación siguientes :

- A) 150 kg  $H_2SO_4$ /t, 40 °C y 12 h
- B) 125 kg  $H_2SO_4$ /t, 50 °C y 12 h
- C) 125 kg  $H_2SO_4$ /t, 40 °C y 18 h
- D) 150 kg  $H_2SO_4$ /t, 50 °C y 6 h

#### 7.4.2. Resultados.

Los resultados obtenidos se indican en la tabla 28. Como comentario a la misma se puede agregar.

a) El consumo de floculante, con las áreas unitarias indicadas, estuvo comprendido entre 74 y 100 g/t. Este floculante se distribuyó en valores próximos a la hipótesis de partida, pues en la primera etapa se alimentó del 59,2 % al 60,2 %, según experiencia. En la segunda la proporción varió entre el 19,0 % y el 21 %. En la tercera y cuarta las adiciones estuvieron comprendidas entre el 9,1 % y el 11,7 %.

Para realizar la comparación con los ensayos de laboratorio habría que fijarse fundamentalmente en la primera etapa. En consumo absoluto de floculante en ella estuvo comprendido entre 45 y 60 g/t, mientras que en el laboratorio para un área unitaria de  $0,8 \text{ m}^3/\text{t/d}$  se necesitaban del orden de 80 g/t, es decir casi lo mismo que en el total del sistema de lavado. En consecuencia parece que los ensayos de laboratorio dan más bien resultados pesimistas y conservadores.

b) En relación con las condiciones de ataque se tuvo una respuesta paralela a la obtenida en el laboratorio. Los resultados más favorables, área unitaria pequeña o dosis baja de floculante se lograron con tiempos de ataque cortos. A medida que se intensificaron las condiciones de lixiviación se necesitó una dosis de floculante más alta. Los resultados peores fueron para el tiempo de ataque más largo (18 h) que tuvo el área unitaria más alta (33 %) y se mantuvo con un consumo de 77 g/t de floculante. Esto parece indicar que, aunque no se ha puesto de manifiesto (7.3.2), durante el ataque se produce alguna degradación de tamaño, posiblemente en los tamaños finos.

c) Las descargas tuvieron valores comprendidos entre el 45 % y el

Tabla 28. Lavado en contracorriente en planta piloto.

| Experiencia                        | A    | B    | C    | D    |
|------------------------------------|------|------|------|------|
| <b>Lixiviación previa</b>          |      |      |      |      |
| Acido, kg/t                        | 150  | 125  | 125  | 150  |
| Temperatura, °C                    | 40   | 50   | 40   | 50   |
| Tiempo, h                          | 12   | 12   | 18   | 6    |
| Líqu. resultante,                  |      |      |      |      |
| mg $U_3O_8$ /l                     | 810  | 785  | 780  | 800  |
| g Cu/l                             | 33,4 | 34,0 | 33,7 | 35,0 |
| <b>Lavado</b>                      |      |      |      |      |
| Capacidad, kg/h                    | 155  | 157  | 115  | 173  |
| Area U, m <sup>2</sup> /t/d        | 0,27 | 0,27 | 0,36 | 0,24 |
| Líqu. lavado, m <sup>3</sup> /t    | 3,0  | 3,1  | 3,2  | 3,1  |
| Solución fértil, m <sup>3</sup> /t | 2,8  | 2,9  | 3,0  | 2,9  |
| <b>Floculante, g/t</b>             |      |      |      |      |
| Distribución %, 1º                 | 100  | 75   | 77   | 74   |
| 2º                                 | 60,0 | 59,2 | 60,2 | 60,0 |
| 3º                                 | 20,0 | 19,5 | 21,0 | 19,0 |
| 4º                                 | 10,0 | 9,6  | 9,1  | 10,0 |
| 5º                                 | 10,0 | 11,7 | 9,7  | 11,0 |
| <b>Descargas, % sólidos pp</b>     |      |      |      |      |
| Primero                            | 49,0 | 49,0 | 51,0 | 51,5 |
| Segundo                            | 47,0 | 50,0 | 50,0 | 49,5 |
| Tercero                            | 45,0 | 47,0 | 49,0 | 48,0 |
| Cuarto                             | 46,0 | 45,0 | 47,2 | 46,0 |
| Media de experiencia               | 46,7 | 47,7 | 49,2 | 48,7 |
| <b>Rebose del primer espesador</b> |      |      |      |      |
| pH                                 | 0,9  | 1,2  | 1,1  | 1,3  |
| Sólidos, g/m <sup>3</sup>          | 400  | 600  | 600  | 360  |
| Uranio, mg $U_3O_8$ /l             | 280  | 250  | 245  | 260  |
| Cobre, g Cu/l                      | 11,5 | 11,4 | 10,9 | 11,9 |
| <b>Rebose del cuarto espesador</b> |      |      |      |      |
| pH                                 | 2,2  | 2,6  | 2,3  | 2,6  |
| Uranio, mg $U_3O_8$ /l             | 12   | 10   | 9    | 10   |
| Cobre, g Cu/l                      | 0,47 | 0,42 | 0,45 | 0,50 |
| <b>Eficacia de lavado, %</b>       |      |      |      |      |
| Práctica ref. U                    | 98,2 | 98,3 | 98,6 | 98,4 |
| Práctica ref. Cu                   | 98,4 | 98,5 | 98,5 | 98,3 |
| Teórica                            | 98,5 | 98,8 | 99,0 | 98,9 |

51,5 % pp en sólidos. La desviación típica media para el valor de las descargas fué de 2,6 unidades, y los límites de confianza, (nivel de 95 % y 15 y 20 grados de libertad), para los valores medios indicados en la tabla estuvieron comprendidos entre  $\pm 1,4$  y  $\pm 1,0$  unidades según el tamaño de la experiencia. En general la descarga del primer espesador (49-51,5 % pp) fué más alta, 50,1 % de valor medio, que las restantes : 49,1 % para la segunda, 47,2 % para la tercera etapa y 46 % para la cuarta etapa. Parecía como si las características de la suspensión se fuesen deteriorando a medida que se progresaba en el sistema de lavado.

En comparación con los resultados de laboratorio se logró una mejora notable, que estuvo comprendida entre 5 y 10 unidades de porcentaje en sólidos. Esta mejora era de esperar pues en el laboratorio no se tenía regtrillado del sedimento, mientras que sí lo había en la planta piloto. Hay que señalar aquí que los valores relativamente bajos obtenidos en la planta piloto también eran conservadores pues el equipo era de pequeña altura y, en consecuencia, la retención en la zona de compresión baja.

d) Frente a las condiciones de ataque no hubo una respuesta clara, pues parecía que el valor promedio para la descarga de las cuatro etapas se disminuía desde 48,7 % para la pulpa de 6 h de ataque a valores de 47,7 % y 46,7 % para 12 h de lixiviación, pero la descarga más alta se logró con el ataque largo, 18 h. Esta anomalía podría corresponder a que este ensayo tenía el área unitaria más alta y paralelamente mayor tiempo de retención, y en consecuencia se compensaría con creces el efecto perjudicial del ataque. Comparando con los resultados de laboratorio se ve que habría paralelismo con las condiciones medias de cada ensayo de planta piloto.

e) La calidad de las soluciones fértiles respecto a clarificación fué de un tipo medio con contenidos en sólidos comprendidos entre 360 y 600 g/m<sup>3</sup>. La clarificación de los mismos no ofrecía dificultad sobre todo si se combinaba con la eliminación de los sólidos producidos con el ajuste de pH de estos líquidos.

El valor del pH en los espesadores de cabeza estuvo comprendido entre 0,9 y 1,3 dependiendo fundamentalmente de las condiciones de ataque. En

los espesadores de cola los valores estuvieron dentro del intervalo de 2,2 a 2,6, con lo que el aumento de pH en el sistema tuvo un valor medio de 1,3 unidades.

Las soluciones fértiles tuvieron contenidos de uranio comprendidos entre 245 y 280 g  $U_3O_8$ /l, cifras que se aproximan a los resultantes, a las teóricas (entre 258 y 283 mg  $U_3O_8$ ) para los valores de la alimentación, líquido fértil producido y descargas de los espesadores. Los valores para cobre estuvieron comprendidos entre 10,9 y 11,9 g Cu/l, mientras que las cifras teóricas estarían entre 11,1 y 12,0 g Cu/l.

Los líquidos rebose del cuarto espesador tuvieron concentraciones de uranio comprendidas entre 9 y 12 mg  $U_3O_8$ /l. Las concentraciones de cobre correspondientes estuvieron comprendidas entre 0,42 y 0,50 g Cu/l.

f) Las eficacias prácticas de lavado determinadas a partir de los valores de la alimentación recalculada (rebose primer espesador y líquido de la descarga del cuarto) y de los metales contenidos en la solución fértil no coincidieron para el uranio y cobre. Para el primero estuvieron comprendidas entre el 98,2 % y el 98,6 % mientras que para el cobre lo fueron entre 98,3 y 98,5 %. La eficacia teórica fué algo más alta que la obtenida en la práctica, estaría comprendida entre el 98,5 y el 99,0 %; comparando los valores correspondientes a cada experiencia, se ve que para el conjunto del sistema de lavado hay una diferencia que cae en el intervalo de 0,2 á 0,6 unidades de porcentaje.

#### 7.4.3. Resumen y comparación con laboratorio.

Como síntesis de los referente a esta operación se podría decir :

a) De la comparación de los resultados de laboratorio y planta piloto parece deducirse que :

- los consumos de floculante, o las necesidades relacionadas de área unitaria, obtenidos en los ensayos de laboratorio, son conservadores y, caso de aplicarles algún factor de extrapolación diferente de la unidad, tendría que ser inferior a ésta.

- en la planta piloto se obtienen descargas más concentradas que en el laboratorio. Los valores obtenidos en éste son conservadores y se pueden incrementar en 5 ó 10 unidades en su extrapolación a escala industrial.

b) Las concentraciones de los líquidos resultantes en los circuitos de lavado de planta piloto se aproximan bastante a los esquemas teóricos.

c) La eficacia práctica del sistema experimental, con repulpadores entre etapas, fué ligeramente inferior (0,2-0,6 unidades de porcentaje) al teórico. Posiblemente en una planta industrial, en que no se presentan las dificultades de trabajo a pequeña escala, la eficacia práctica sea muy poco diferente ( $\leq 0,2$  unidades) de la teórica.

#### 7.5. Recuperación del uranio de los líquidos.

En esta operación se siguió la misma pauta que en los ensayos de laboratorio, es decir, primero se ajustó el pH de los líquidos y después de clarificarlos se recuperó el uranio por cambio de ión. Sin embargo, frente a los ensayos de laboratorio se trató de trabajar a un pH más alto (1,8) con ánimo de ver si aumentaba la capacidad de la resina.

##### 7.5.1. Ajuste de pH y clarificación.

Los líquidos procedentes del sistema de lavado tenían valores de pH relativamente bajos, así como un contenido apreciable en sólidos (300-600 g/m<sup>3</sup>). Para eliminar el exceso de acidez hasta un nivel adecuado para cambio de ión (pH 1,8) se neutralizaron parcialmente con lechada de cal al 10 %. El consumo de cal estuvo comprendido entre 3 y 3,5 kg/m<sup>3</sup> de líquido.

En este ajuste se produjeron sólidos, fundamentalmente yeso, alcanzando hasta valores próximos a los 12 g/l. La clarificación de los líquidos se abordó inicialmente mediante la adición de coadyuvantes del tipo Kieselgur. Luego se vió que el yeso formado era del tamaño grueso y constituía una excelente capa previa en la filtración, y se obtenían unos líquidos perfectamente limpios. La velocidad de filtración era buena, pues trabajando con una presión máxima de 3 kg/cm<sup>2</sup> el área unitaria resultante era de 0,4 m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup>/h.

La torta de cal resultante tenía una ley del 0,20 % U<sub>3</sub>O<sub>8</sub>. Esto con los sólidos presentes, aprox. 12 kg/m<sup>3</sup>, suponía un reciclado de unos

25 g  $U_3O_8/m^3$  y referido a la alimentación original (0,15 - 0,25 g/l) ascendería a niveles comprendidos entre el 10 y el 17 %.

#### 7.5.2. Cambio de ión.

En esta sección se trabajó con un sistema de tres columnas en serie para la fase de carga y una cuarta para elución. Las columnas tenían 167 litros de resina Zerolitt FF. El tiempo de contacto con carga fué de 6 min/columna mientras que el de elución fué de 20 min.

Los resultados obtenidos en la carga se indican en la tabla 29 que recoge también la capacidad de carga práctica resultante de la elución, es decir de la porción de eluido que se enviaba a precipitación. Del examen de la tabla se deduce :

a) El volumen tratado por columna, media 35,4  $m^3$  y extremos 30,2 y 42,3  $m^3$ , fué relativamente bajo pues equivaldría a unos 212 volúmenes de lecho de solución fértil por columna.

b) Los efluentes fueron bajos, 0,5 - 1,7 mg  $U_3O_8/l$ , y resultaron recuperaciones altas 99,8 % o aceptables 99,1 %; dependiendo el valor de esta magnitud del nivel de uranio en la alimentación (145 á 240 mg  $U_3O_8/l$ ).

c) La capacidad de carga fué baja, media 39,4 g  $U_3O_8/l.r.h.$  con bastante dispersión pues se tuvieron como valores extremos 35,3 y 44,8 g  $U_3O_8/l.r.h.$

El valor bajo de la capacidad de carga, así como la corta (212 v.lecho/columna) relación de tratamiento de solución fértil, se podría atribuir en parte a las concentraciones bajas en uranio (media 200 mg  $U_3O_8$ ) así como a la elevada presencia de impurezas (hierro y sulfatos). En la tabla 29 se ve que las capacidades más altas se correspondieron con alimentaciones más ricas.

Intentando aumentar la capacidad de la resina se sometió a regeneración con sosa (5 % NaOH) después de la segunda serie y después de la cuarta pero no se obtuvo mejora apreciable.

Tabla 29. Resultados de cambio de ión en planta piloto.

| Columna | Alimentación   |                | Estériles<br>mg $U_3O_8$ /l | Recuperación<br>% | Capacidad<br>carga eluida<br>g $U_3O_8$ /l/h |
|---------|----------------|----------------|-----------------------------|-------------------|--|
|         | mg $U_3O_8$ /l | m <sup>3</sup> |                             |                   |  |
| A1      | 225            | 30,2           | 1,0                         | 99,5              | 35,6   |
| B1      | 233            | 31,5           | 1,2                         | 99,5              | 41,4   |
| C1      | 220            | 35,5           | 1,5                         | 99,3              | 43,3   |
| D1      | 215            | 33,5           | 1,0                         | 99,5              | 42,3   |
| A2      | 240            | 31,9           | 0,5                         | 99,8              | 43,0   |
| B2      | 210            | 37,6           | 1,3                         | 99,4              | 44,8   |
| C2      | 190            | 38,0           | 1,7                         | 99,1              | 41,0   |
| D2      | 200            | 39,1           | 1,0                         | 99,5              | 36,5   |
| A3      | 207            | 32,5           | 0,7                         | 99,7              | 40,5   |
| B3      | 180            | 36,5           | 0,5                         | 99,7              | 37,2   |
| C3      | 190            | 38,6           | 1,2                         | 99,4              | 42,9   |
| D3      | 176            | 36,5           | 1,5                         | 99,1              | 36,3   |
| A4      | 187            | 35,3           | 1,7                         | 99,1              | 37,6   |
| B4      | 168            | 36,5           | 1,5                         | 99,1              | 34,8   |
| C4      | 190            | 42,3           | 1,0                         | 99,3              | 35,3   |
| D4      | 145            | 41,6           | 1,0                         | 99,3              | 34,3   |
| A5      | 170            | 38,5           | 0,5                         | 99,7              | 35,3   |
| B5      | 160            | 39,6           | 1,5                         | 99,0              | 35,7   |
| C5      | 190            | 40,8           | 1,0                         | 99,5              | 43,8   |
| D5      | 180            | 36,4           | 1,5                         | 99,2              | 38,1   |
| A6      | 203            | 38,5           | 1,0                         | 99,5              | 44,0   |
| B6      | 220            | 35,7           | 1,0                         | 99,5              | 44,1   |
| C6      | 227            | 33,2           | 0,5                         | 99,8              | 42,9   |
| D6      | 240            | 30,1           | 0,5                         | 99,8              | 39,6   |
| A7      | 235            | 33,1           | 1,0                         | 99,6              | 42,1   |
| B7      | 228            | 31,5           | 1,5                         | 99,3              | 41,7   |
| C7      | 216            | 34,6           | 0,5                         | 99,7              | 41,2   |
| D7      | 212            | 32,1           | 1,0                         | 99,5              | 37,4   |
| A8      | 190            | 30,2           | 0,5                         | 99,7              | 34,6   |
| B8      | 205            | 33,5           | 1,5                         | 99,3              | 39,0   |
| C8      | 180            | 32,4           | 1,0                         | 99,4              | 35,7   |
| D8      | 170            | 37,6           | 1,0                         | 99,4              | 36,9   |



Las columnas cargadas se separaron del ciclo de adsorción y antes de eluirlas se lavaron ascendentemente con ácido sulfúrico (0,3 g/l). El efluente se controló para uranio y la fracción rica se devolvió a la solución fértil. Con seis volúmenes de lecho de lavado se redujo la concentración del líquido a menos de 50 mg  $U_3O_8$ /l.

La elución se hizo con eluyente nitrato-nítrico y de forma fraccionada. El primer medio volumen de lecho, pobre en uranio, se devolvió a la solución fértil. El corazón, de unos cinco volúmenes de lecho, se envió a precipitación. El resto, 3,5-4,5 volúmenes, se reservó para la operación siguiente.

Los resultados obtenidos se indican en la tabla 30 en la que se recogen las composiciones medias y sus límites de confianza para el nivel del 95 % de confianza. Se ve que el eluido fué relativamente pobre en uranio (7,85 g  $U_3O_8$ /l) y rico en hierro (4 g Fe/l).

#### 7.5.3. Precipitación.

La obtención del concentrado se hizo por precipitación fraccionada. En una primera fase hasta pH 2,8 se eliminó el fosfato y la mayoría del hierro. En la planta piloto se utilizó como agente de neutralización lechada de cal al 10 % a fin de eliminar sulfatos. La lechada se agregó a una velocidad de 0,8 l/h. En esta primera fase resultaron del orden de 20 kg de sólidos por metro cúbico de eluido. Esto representó un promedio de 4,4 % de uranio a recircular.

El filtrado de la primera fase se sometió a la neutralización con hidróxido sódico al 5 % y a una velocidad de 0,15 l/min, hasta llegar a pH 7,0. El precipitado se dejó decantar, se lavó y filtró. La composición media se indica en la tabla 30 y se ve que fué un concentrado que cumplía muy bien las especificaciones comerciales. Las aguas madres tuvieron concentraciones comprendidas entre 2 y 4 mg  $U_3O_8$ /l.

#### 7.5.4. Resumen y comparación con los ensayos de laboratorio.

Como resumen de la parte referente a la recuperación del uranio de los líquidos, tanto en escala de planta piloto como comparándola con los

Tabla 30. Resultados de la precipitación en planta piloto.

|   |  | Eluido                  | Torta de hierro (#) | Concentrado |
|---|--|-------------------------|---------------------|-------------|
| COMPOSICION   |  | g/l (liq) ó % (sólidos) |                     |             |
| U <sub>3</sub> O <sub>8</sub>                       |  | 7,85 ± 1,4              | 1,75 ± 0,5          | 85,5 ± 1,6  |
| SO <sub>4</sub>                                     |  | 19,2 ± 6,0              | 59,0 ± 3,4          | 4,0 ± 0,7   |
| P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>                       |  | 0,62 ± 0,16             | 1,7 ± 1,1           | 0,05 ± 0,02 |
| Fe  |  | 4,0 ± 2,9               | 1,2 ± 0,44          | 0,36 ± 0,07 |
| Cu  |  | < 10 ppm                | -                   | 0,35        |
| Ca  |  | -                       | 21,9 ± 2,0          | -           |
| Resíduo insoluble                                   |  | -                       | -                   | 1,75 ± 0,47 |
| DESVIACION TIPICA g/l (liq) ó % (sólidos)           |  |                         |                     |             |
| U <sub>3</sub> O <sub>8</sub>                       |  | 1,2                     | 0,45                | 1,40        |
| SO <sub>4</sub>                                     |  | 5,2                     | 3,00                | 0,60        |
| P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>                       |  | 0,14                    | 0,95                | 0,015       |
| Fe  |  | 2,6                     | 0,40                | 0,060       |
| Ca  |  | -                       | 1,73                | -           |
| Resíduo insoluble                                   |  | -                       | -                   | 0,41        |
| (*) Resultante de la primera fase de precipitación. |  |                         |                     |             |

resultados de laboratorio, se puede decir :

a) El ajuste de pH a valores de 1,8 obliga a recircular del 10 al 17 % del uranio presente en la solución fértil. Estos valores fueron algo más elevados que los obtenidos en el laboratorio en que posiblemente se controlaba mejor la operación.

b) La capacidad de carga de la resina fué baja, aproximadamente 39,39  $U_3O_8$ /l.r.h., y no se logró la meta perseguida de lograr mayor capacidad que trabajando a valores de pH bajos. En realidad solo alcanzó el 75,6 % de la capacidad existente en el laboratorio para condiciones similares. En principio no hay explicación lógica a este hecho, pues incluso regenerando la resina de la planta piloto no se logró aumentar la capacidad de la resina.

c) Paralelamente se tuvo una menor capacidad de tratamiento de solución fértil, 212 volúmenes de lecho/columna y carga frente a 230 en el laboratorio.

d) La recuperación fué buena, tanto en la planta piloto como en el laboratorio, con efluentes inferiores a 1,7 mg  $U_3O_8$ /l.

e) El aluido de planta piloto (7,86 g  $U_3O_8$ /l) fué más bajo que en operaciones normales para minerales de uranio y algo peor que el de laboratorio.

f) La precipitación del fosfato y hierro del aluido fué bien, pues a pesar de emplear lechada de cal en la primera fase solo hubo que recircular el 4,4 % del uranio. En el laboratorio la recirculación fué menor (3,5 %) pero a costa de emplear reactivo más caro (sosa) y que no eliminaba sulfatos, condición necesaria para un posible aprovechamiento de las aguas madres en la preparación de eluyentes.

g) El concentrado resultante de la segunda fase fué de una calidad excelente con ley (85,5 %  $U_3O_8$ ), algo superior al obtenido en el laboratorio (84,3 %  $U_3O_8$ ).

En definitiva se puede concluir que los resultados obtenidos en ambas escalas son parecidos pero con una tendencia a tener valores optimistas en el laboratorio.

## 7.6. Recuperación del cobre de los líquidos.

A escala de planta piloto se realizaron ensayos de cementación en un medio agitado y en canales. Las metas perseguidas fueron fundamentalmente estudiar la influencia de :

- la técnica de trabajo,
- el tiempo de operación,
- el tipo de chatarra.

o determinar :

- la eficacia de la chatarra frente al tiempo,
- el consumo de chatarra,
- las características del cemento de cobre.

### 7.6.1. Ensayos con agitación.

En esta experimentación se probaron diferentes tipos de chatarra de hierro :

- virutas de torno,
- recortes de chapa de 2 mm,
- botes sueltos quemados,
- botes sueltos quemados y prensados.

Los ensayos se realizaron en un depósito agitado de 1 m<sup>3</sup> que se llenaba con 800 l de líquido y al que se colgaban unas jaulas de madera y que tenían la chatarra en ensayo. El líquido se ponía a agitar y se introducía la chatarra, como tiempo cero se tomaba el final de la colocación de los cestillos. Luego se tomaron muestra para tiempos de min :

5, 10, 15, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80 y 90

El líquido de las muestras se analizaba para determinar cobre y pH. También se analizaron para estos conceptos los líquidos de la alimentación, cuyos resultados fueron :

pH 1,6      Cu (g/l) 6,50; 5,60; 5,90 y 6,30

Los resultados obtenidos se indican en la tabla 31 y en la figura 41 y de acuerdo con las mismas se vé :

Tabla 31. Influencia del tipo de chatarra en la cementación de cobre.

| Tiempo<br>min | Virutas |           |                     | Botes sueltos |           |                     | Botes prensados |           |                     | Recortes de chapa |           |                     |
|---------------|---------|-----------|---------------------|---------------|-----------|---------------------|-----------------|-----------|---------------------|-------------------|-----------|---------------------|
|               | pH      | Cu<br>g/l | Recupera-<br>ción % | pH            | Cu<br>g/l | Recupera-<br>ción % | pH              | Cu<br>g/l | Recupera-<br>ción % | pH                | Cu<br>g/l | Recupera-<br>ción % |
| 0             | 1,6     | 6,90      | 0,0                 | 1,6           | 5,60      | 0,0                 | 1,6             | 5,90      | 0,0                 | 1,6               | 6,30      | 0,0                 |
| 5             | 1,7     | 1,81      | 72,1                | 1,6           | 2,65      | 52,6                | 1,6             | 4,28      | 27,3                | 1,6               | 5,67      | 10,0                |
| 10            | 1,7     | 0,42      | 93,5                | 1,7           | 1,45      | 74,0                | 1,6             | 3,07      | 48,0                | 1,6               | 4,89      | 22,3                |
| 15            | 1,8     | 0,10      | 98,4                | 1,7           | 0,80      | 85,7                | 1,7             | 2,12      | 64,0                | 1,6               | 4,16      | 33,9                |
| 20            | 1,8     | 0,04      | 99,4                | 1,7           | 0,44      | 92,2                | 1,7             | 1,49      | 74,7                | 1,6               | 3,98      | 43,1                |
| 30            | 1,8     | 0,02      | 99,7                | 1,8           | 0,16      | 97,2                | 1,7             | 0,71      | 88,0                | 1,7               | 2,71      | 56,9                |
| 40            | 1,9     | 0,01      | 99,8                | 1,8           | 0,07      | 98,7                | 1,7             | 0,43      | 92,7                | 1,7               | 2,08      | 66,9                |
| 50            | 1,9     | < 0,01    | > 99,8              | 1,8           | 0,04      | 99,2                | 1,8             | 0,16      | 97,3                | 1,7               | 1,64      | 73,9                |
| 60            | 1,9     | < 0,01    | > 99,8              | 1,8           | 0,02      | 99,7                | 1,8             | 0,08      | 98,7                | 1,7               | 1,21      | 80,7                |
| 70            | 1,9     | < 0,01    | > 99,8              | 1,9           | 0,01      | 99,8                | 1,8             | 0,04      | 99,3                | 1,8               | 0,82      | 86,9                |
| 80            | 2,0     | < 0,01    | > 99,8              | 1,9           | < 0,01    | > 99,8              | 1,9             | 0,02      | 99,7                | 1,8               | 0,48      | 92,3                |
| 90            | 2,0     | < 0,01    | > 99,8              | 1,9           | < 0,01    | > 99,8              | 1,9             | 0,01      | 99,8                | 1,8               | 0,22      | 96,5                |

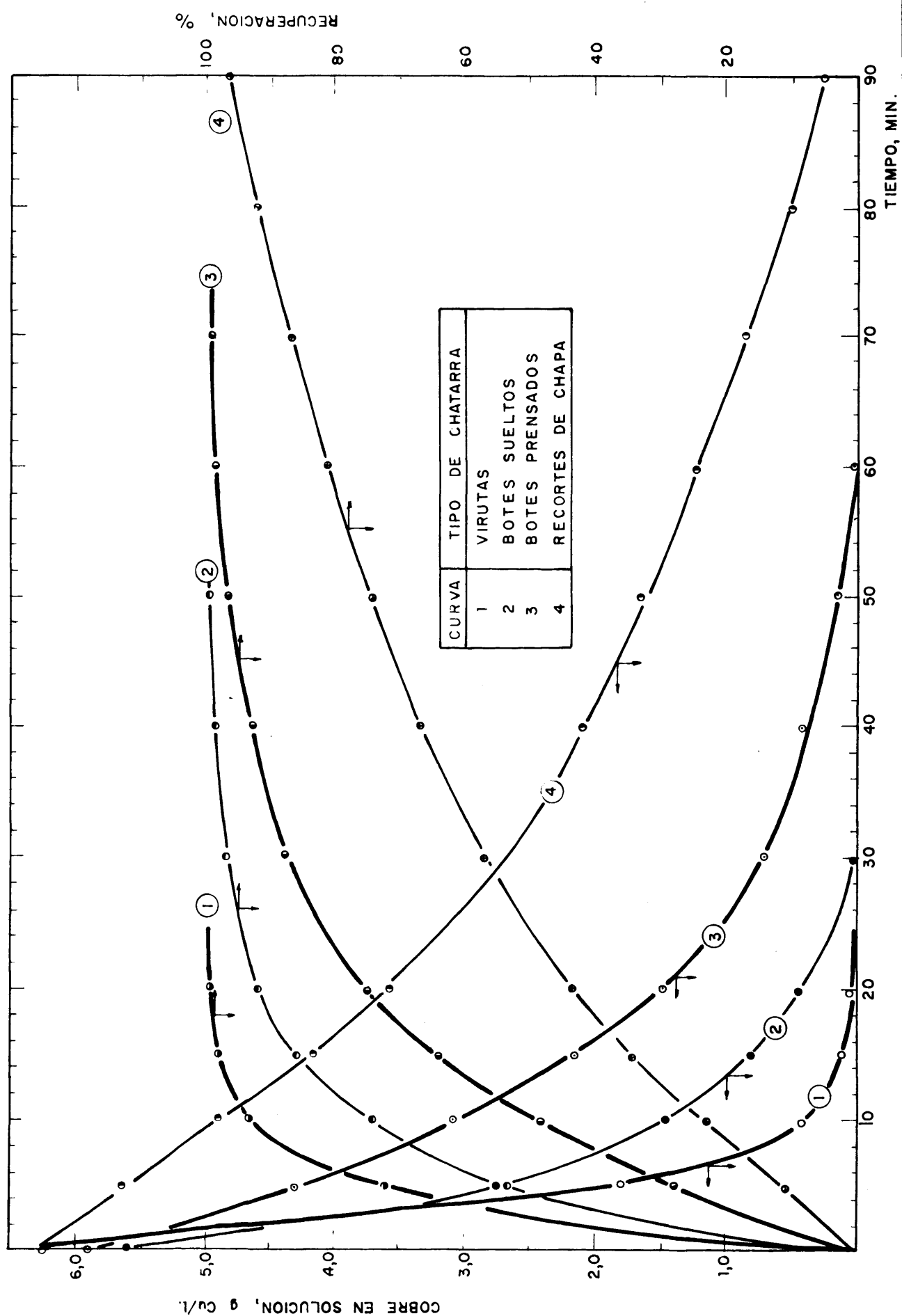


FIG. 41.—CEMENTACION CON DIFERENTES TIPOS DE CHATARRA

a) Para las virutas de hierro hubo una caída brusca de la concentra  
ción de cobre del líquido. En 15 min se alcanzaba una precipitación del  
98,4 % y con 40 min se alcanza un 99,8 %.

b) Con botes sueltos de velocidad de cementación fué más lenta pues  
para alcanzar el 98,7 % se necesitaron 40 min y para llegar al 99,7 % hicie  
ron falta 60 min.

c) Con los botes prensados la velocidad fué más lenta todavía pero  
bastante apreciable pues el 98,7 % se alcanzó con 60 min y el 99,8 % con  
90 min.

d) Los recortes de chapa fueron los que dieron una velocidad más ba-  
ja pues con el tiempo máximo ensayado, 90 min, solo se alcanzó el 96,5 %.

Los tres primeros resultados a), b) y c) fueron lógicos pues la su  
perficie de hierro disponible para la relación disminuía aparentemente en  
ese orden. Por el contrario la última serie parece anómala y únicamente se  
podría explicar porque este tipo de chatarra sea menos activa, ya que por  
otra parte su cinética coincide con la citada antes (6.6.) para la cemen-  
tación por agitación sobre chapitas de hierro.

En consecuencia parece que la chatarra de botes se podría utilizar  
en la operación industrial. El empleo en forma prensada de más fácil mane-  
jo sería permisible pues dá tiempos de operación relativamente cortos, 90 min.  
Hay que tener sin embargo en cuenta, que estas operaciones se realizaron en  
medios agitados y es posible que en una operación de canaleo la cinética fué  
se mucho más lenta.

El valor del pH al final del ensayo estuvo comprendido entre 1,8 y  
2,0. Los valores más altos se lograron con la chatarra más activa que se-  
guía atacando al hierro después de agotar, prácticamente, al cobre.

#### 7.6.2. Operación por canaleo.

Se analizó en un sistema con las cuatro celdas que se ha descrito  
con anterioridad. Se utilizó chatarra de botes prensados y se trabajó con dos  
tiempos de residencia,

una y dos horas

las experiencias duraron una semana para cada tiempo de retención. Además a lo largo de esta semana se consideró la eficacia media de la cherra de hierro incluyendo en la misma el efecto superpuesto de reposición de hierro para tener en cada celda una cantidad prácticamente fija, a celda llena.

Los líquidos, tanto de alimentación como de descarga, se analizaron para determinar :

pH, cobre y hierro

y sobre el cemento se determinó la ley en cobre, granulometría y características de sedimentación.

Los resultados de cementación se indican en las tablas 32 y 33 . Como comentario a las mismas cabría señalar :

a) La recuperación de cobre fué más baja que la obtenida en la cementación sobre depósito agitado. Con una hora de retención se logró el 81,3 % de recuperación y con dos horas el 93,5 %.

b) El pH de la alimentación fué prácticamente el mismo, 1,6 pero en la descarga se tuvieron valores diferentes, más bajos (1,8) para el tiempo de retención corto que para el largo (2,1).

c) El consumo de hierro, deducido del análisis de los líquidos iniciales y finales, fué de 0,9 y 1,2 kg Fe/kg Cu para una y dos horas respectivamente. Lo que representa de un 12 a un 50 % en exceso sobre la cantidad estequiométrica.

d) La eficacia de la chatarra basada en las recuperaciones medias diarias parece que fué constante pues las variaciones que habría entre los valores medios correspondientes a los diferentes días están dentro de los errores experimentales.

e) La ley cemento de cobre fué muy semejante para las dos operaciones y tuvo un valor medio del 72 % en Cu y una densidad de 5,5 kg/l.



Tabla 32 . Cementación en canales (tiempo de retención 1 h).

| Tiempo<br>h | Alimentación     |     |        |        | Descarga |        |        | Recupera-<br>ción, % |
|-------------|------------------|-----|--------|--------|----------|--------|--------|----------------------|
|             | Caudal<br>cc/min | pH  | Cu g/l | Fe g/l | pH       | Cu g/l | Fe g/l |                      |
| 4           | 1.800            | 1,7 | 5,36   | 1,53   | 1,9      | 1,11   | 5,35   | 79,2                 |
| 8           | 1.800            | 1,8 | 5,41   | 1,42   | 2,0      | 0,83   | 5,54   | 84,6                 |
| 12          | 1.750            | 1,7 | 5,48   | 1,68   | 2,0      | 1,40   | 5,35   | 74,3                 |
| 16          | 1.800            | 1,6 | 5,59   | 1,53   | 1,8      | 0,95   | 4,71   | 82,9                 |
| 20          | 1.800            | 1,6 | 5,76   | 1,65   | 1,8      | 0,97   | 5,96   | 83,1                 |
| 24          | 1.880            | 1,6 | 5,11   | 1,47   | 1,9      | 0,94   | 5,28   | 81,6                 |
| 28          | 1.760            | 1,6 | 4,80   | 1,44   | 1,7      | 1,03   | 4,83   | 78,4                 |
| 32          | 1.810            | 1,6 | 5,06   | 1,45   | 1,8      | 1,03   | 4,07   | 79,6                 |
| 36          | 1.810            | 1,6 | 4,75   | 1,51   | 1,8      | 0,92   | 4,74   | 80,6                 |
| 40          | 1.810            | 1,6 | 4,60   | 1,27   | 1,8      | 0,73   | 4,75   | 84,0                 |
| 44          | 1.760            | 1,6 | 4,29   | 1,30   | 1,9      | 1,00   | 4,26   | 76,5                 |
| 48          | 1.800            | 1,6 | 4,40   | 1,33   | 1,8      | 0,97   | 4,42   | 77,9                 |
| 52          | 1.800            | 1,6 | 4,34   | 1,30   | 1,8      | 0,87   | 4,42   | 79,8                 |
| 56          | 1.800            | 1,6 | 4,14   | 1,31   | 1,7      | 0,64   | 4,46   | 84,4                 |
| 60          | 1.780            | 1,6 | 4,80   | 1,59   | 1,8      | 0,87   | 5,13   | 81,8                 |
| 64          | 1.780            | 1,5 | 4,70   | 1,24   | 1,7      | 0,62   | 4,90   | 86,7                 |
| 68          | 1.750            | 1,6 | 5,00   | 1,53   | 1,7      | 1,12   | 5,00   | 77,5                 |
| 72          | 1.780            | 1,5 | 5,20   | 1,42   | 1,6      | 1,18   | 5,10   | 77,3                 |
| 76          | 1.800            | 1,6 | 4,90   | 1,57   | 1,7      | 1,12   | 5,00   | 77,1                 |
| 80          | 1.800            | 1,6 | 5,15   | 1,57   | 1,8      | 0,74   | 5,56   | 88,6                 |
| 84          | 1.750            | 1,6 | 5,30   | 1,44   | 1,8      | 0,84   | 5,42   | 84,2                 |
| 88          | 1.800            | 1,6 | 5,50   | 1,80   | 2,0      | 1,08   | 5,75   | 80,3                 |
| 92          | 1.750            | 1,6 | 5,35   | 1,70   | 1,9      | 0,81   | 5,77   | 84,8                 |
| 96          | 1.760            | 1,5 | 5,20   | 1,62   | 1,7      | 0,92   | 5,35   | 82,3                 |
| 100         | 1.780            | 1,5 | 5,40   | 1,65   | 1,8      | 1,14   | 5,50   | 78,9                 |
| 104         | 1.780            | 1,6 | 4,95   | 1,25   | 1,8      | 0,79   | 5,00   | 84,0                 |
| 108         | 1.800            | 1,6 | 5,12   | 1,46   | 1,7      | 0,88   | 5,30   | 82,7                 |
| 112         | 1.790            | 1,6 | 4,87   | 1,30   | 1,8      | 1,06   | 4,76   | 78,3                 |
| 116         | 1.800            | 1,6 | 4,72   | 1,49   | 1,8      | 0,79   | 5,07   | 83,2                 |
| 120         | 1.800            | 1,6 | 5,08   | 1,64   | 1,9      | 0,97   | 5,33   | 80,9                 |
| 124         | 1.800            | 1,6 | 5,27   | 1,69   | 1,8      | 0,86   | 5,65   | 83,7                 |
| 128         | 1.760            | 1,6 | 5,35   | 1,66   | 1,8      | 0,75   | 5,82   | 86,0                 |
| 132         | 1.800            | 1,6 | 5,13   | 1,37   | 1,8      | 0,92   | 5,15   | 82,0                 |
| $\bar{x}$   | 1.789            | 1,6 | 5,03   | 1,49   | 1,8      | 0,93   | 5,11   | 81,3                 |

Tabla 33 . Cementación en canales (tiempo de retención 2 h).

| Tiempo<br>h | Alimentación     |     |        |        | Descarga |        |        | Recupera-<br>ción, % |
|-------------|------------------|-----|--------|--------|----------|--------|--------|----------------------|
|             | Caudal<br>cc/min | pH  | Cu g/l | Fe g/l | pH       | Cu g/l | Fe g/l |                      |
| 4           | 900              | 1,6 | 6,67   | 2,01   | 2,2      | 0,45   | 9,26   | 93,2                 |
| 8           | 890              | 1,5 | 6,85   | 2,14   | 2,0      | 0,51   | 9,43   | 92,5                 |
| 12          | 890              | 1,5 | 6,72   | 2,07   | 2,0      | 0,58   | 9,84   | 91,3                 |
| 16          | 900              | 1,6 | 6,60   | 1,90   | 2,1      | 0,40   | 9,30   | 94,0                 |
| 20          | 850              | 1,6 | 5,90   | 1,70   | 2,3      | 0,45   | 7,77   | 92,4                 |
| 24          | 890              | 1,6 | 5,82   | 1,61   | 2,2      | 0,41   | 7,55   | 93,0                 |
| 28          | 900              | 1,7 | 5,60   | 1,60   | 2,1      | 0,41   | 8,62   | 92,6                 |
| 32          | 900              | 1,6 | 5,40   | 1,51   | 2,0      | 0,15   | 7,37   | 97,3                 |
| 36          | 890              | 1,6 | 5,58   | 1,58   | 2,2      | 0,33   | 7,57   | 94,0                 |
| 40          | 870              | 1,5 | 5,20   | 1,63   | 2,0      | 0,36   | 8,14   | 93,1                 |
| 44          | 900              | 1,6 | 4,90   | 1,50   | 2,1      | 0,36   | 6,89   | 92,6                 |
| 48          | 890              | 1,6 | 4,98   | 1,42   | 2,2      | 0,27   | 7,40   | 94,2                 |
| 52          | 850              | 1,5 | 5,06   | 1,51   | 2,0      | 0,23   | 7,29   | 95,5                 |
| 56          | 870              | 1,5 | 5,18   | 1,67   | 1,9      | 0,33   | 8,32   | 93,7                 |
| 60          | 900              | 1,6 | 5,15   | 1,54   | 2,1      | 0,42   | 7,11   | 91,8                 |
| 64          | 890              | 1,7 | 4,95   | 1,55   | 2,3      | 0,27   | 7,15   | 94,6                 |
| 68          | 890              | 1,6 | 4,88   | 1,40   | 2,1      | 0,32   | 6,74   | 93,5                 |
| 72          | 900              | 1,6 | 4,80   | 1,50   | 2,2      | 0,37   | 6,44   | 92,3                 |
| 76          | 900              | 1,6 | 4,70   | 1,28   | 2,2      | 0,18   | 6,81   | 96,1                 |
| 80          | 880              | 1,6 | 4,82   | 1,37   | 2,0      | 0,29   | 6,79   | 94,0                 |
| 84          | 900              | 1,7 | 4,75   | 1,32   | 2,0      | 0,33   | 6,68   | 93,1                 |
| 88          | 890              | 1,6 | 4,60   | 1,45   | 2,2      | 0,33   | 6,38   | 92,8                 |
| 92          | 900              | 1,6 | 4,86   | 1,37   | 2,1      | 0,41   | 7,30   | 91,6                 |
| 96          | 900              | 1,6 | 5,02   | 1,40   | 2,0      | 0,23   | 7,64   | 95,4                 |
| 100         | 900              | 1,7 | 5,25   | 1,61   | 2,3      | 0,34   | 7,89   | 93,6                 |
| 104         | 880              | 1,7 | 5,15   | 1,48   | 2,2      | 0,32   | 7,91   | 93,8                 |
| 108         | 900              | 1,6 | 5,38   | 1,64   | 2,2      | 0,30   | 8,14   | 94,4                 |
| 112         | 890              | 1,6 | 5,40   | 1,54   | 2,0      | 0,43   | 7,94   | 92,1                 |
| 116         | 900              | 1,6 | 5,20   | 1,38   | 2,0      | 0,33   | 7,76   | 93,6                 |
| 120         | 900              | 1,5 | 5,50   | 1,52   | 2,1      | 0,47   | 7,18   | 91,5                 |
| 124         | 880              | 1,6 | 5,27   | 1,35   | 2,0      | 0,19   | 7,00   | 96,4                 |
| 128         | 900              | 1,6 | 5,10   | 1,59   | 2,3      | 0,29   | 8,14   | 94,2                 |
| 132         | 900              | 1,6 | 5,18   | 1,60   | 1,9      | 0,38   | 7,13   | 92,7                 |
| $\bar{x}$   | 896,6            | 1,6 | 5,35   | 1,56   | 2,1      | 0,35   | 7,66   | 93,5                 |

### 7.6.3. Características físicas del cemento de cobre.

De la muestra acumulada de cemento de cobre se tomó una porción para realizar su análisis granulométrico. Los resultados obtenidos, rechazos acumulados (%), para los diferentes tamices fueron :

10- $\mu$  (2,1); 14- $\mu$  (8,5); 20- $\mu$  (19,0); 28- $\mu$  (25,1);  
35- $\mu$  (32,9); 48- $\mu$  (39,9); 65- $\mu$  (47,8); 100- $\mu$  (53,2);  
150- $\mu$  (60,5); 200- $\mu$  (65,5); 270- $\mu$  (70,1).

que muestran un producto relativamente grueso. También hay que señalar que por debajo de 270- $\mu$  todavía quedaba casi un 30 % del producto.

En la decantación de las suspensiones de cemento de cobre se logran pulpas espesas, 65-70 % de sólidos. Después de transcurrida hora y media, desde el comienzo de la sedimentación, ya se habían alcanzado depósitos con el 50-62 % de sólidos. No obstante se tenía una masa sobrenadante ligeramente turbia debida a las partículas muy finas de cobre que no sedimentaban. Se probó la adición de floculante y se vió que con la adición de 5 g/t del producto Separán NP-10 se obtenían líquidos completamente nítidos pues las partículas finas precipitaban sobre los gruesos y los floculos resultantes sedimentaban con rapidez. Para una capacidad de 3 t Cu/d haría falta un decantador de un metro de diámetro. Una alternativa práctica sería almacenar el cemento en balsas de hormigón y secarlo de tiempo en tiempo.

### 7.6.4. Resumen y comparación con los ensayos de laboratorio.

Considerando lo expuesto anteriormente en este capítulo, así como lo referente a escala de laboratorio (6.6.), se podría resumir que :

a) La velocidad de cementación fué mucho mayor en medios agitados mecánicamente que en lechos turbulentos. Para obtener rendimientos prácticos ( $\geq 90$  %) se necesitó, en los primeros tiempos, del orden de una hora mientras que en el canaleo hubo que ir a unas dos horas.

b) La velocidad de reacción en medios agitados para chatarra sane-

jante fué parecida a escala de laboratorio que en escala piloto.

c) La chatarra de botes fué mucho más activa que los recortes de chapa. Posiblemente los puntos de ataque que presentaban permitían una reactividad más rápida. Se puede utilizar prensada.

d) En los ensayos sobre lecho estático de laboratorio se obtuvieron resultados muy inferiores a la planta piloto. Hay que hacer la salvedad de que había superpuesto un efecto de tipo de chatarra.

e) El consumo de hierro aumentó con el tiempo de retención (0,9 á 1,2 kg Fe/kg Cu, para una y dos horas). Al principio el hierro se consumió preferentemente en el depósito del cobre y luego en descargar los hidrogeniones. En una operación industrial habría que establecer un compromiso entre la recuperación de cobre por un lado y el tiempo de retención y el consumo de hierro por otro.

f) El cemento fué de ley relativamente baja, aproximadamente 72 % Cu, con grano bastante grueso y de fácil manejo.

#### 7.7. Recuperación del cobre de los estériles sólidos.

La recuperación del cobre no disuelto se estudió por flotación. En la experimentación se trató de hallar el circuito más adecuado para ello, así como las mejores condiciones de funcionamiento. Se estudió en primer lugar la variabilidad del sistema, se hizo un tanteo sobre los tipos de circuitos y se consideraron las variables de concentración en sólidos y pH de la pulpa, dosis de colector y tiempo de flotación. También se investigó la influencia que podría tener el envejecimiento de los residuos, ante una posible eventualidad de un almacenamiento para su tratamiento posterior.

##### 7.7.1. Condiciones de trabajo y circuitos.

Los ensayos se realizaron en una instalación de flotación que tenía de 12 á 13 celdas Denver "Sub-A" número 5, construidas en hierro y con un volumen de 6,7 l/u. Los rotores funcionaban a 1.250 rpm y la aireación de la pulpa fué la que proporcionaban libremente los rotores en estas condiciones.

Los residuos procedentes del lavado en contracorriente se neutralizaban con cal. Luego, por cargas, se pasaban a un tanque de almacenamiento y alimentación. Una bomba de membrana de 3/4" elevaba la pulpa a un depósito de nivel constante. La descarga de pulpa a partir de éste se regulaba por la abertura de su orificio de salida y por la altura de la pulpa en el depósito. La descarga de pulpa caía en un embudo que recibía también cualquier agua adicional de dilución. Los concentrados se recogían en canales; una parte de las celdas estaba agrupada de dos en dos y sus concentrados se podían recircular a celdas inmediatas por la acción aspirante de los rodets; si la recirculación era a celdas más alejadas se hacía mediante bombas de membrana.

Se utilizaron tres tipos de circuitos (fig. 42 ). Uno en que el concentrado de agotamiento se sometía al refino y las espumas se ajustaban con las de desbaste para tener el concentrado final. Otro en que la alimentación se introducía en la segunda celda de refino y las celdas de desbaste recibían el estéril de refino y el concentrado de agotamiento. Por último, se trabajó con uno convencional en que había una separación neta de las tres fases : desbaste, con tratamiento en el mismo de la alimentación, estéril de refino y de las espumas de agotamiento. La adición del colector se realizó bien en cabeza del sistema o más frecuentemente en dos puntos, alimentación y cabeza del agotamiento. La adición del espumante se hizo a lo largo de las celdas.

#### 7.7.2. Estudio de la variabilidad del sistema.

En cualquier experiencia existen diversas fuentes que den origen a variaciones en las respuestas del mismo. Estas fuentes son, en primer lugar, las modificaciones provocadas por la variación en el tratamiento y los errores experimentales. Entre las causas de estos últimos se podrían citar como más importantes a las variaciones en :

- a) La alimentación al sistema, bien porque cada carga a un depósito de almacenamiento sea diferente (diferencia entre reactores), ó bien porque dentro del depósito haya segregación con el tiempo (diferencia entre mitades).
- b) El sistema de toma de muestras (diferencias entre muestras).
- c) El procedimiento de análisis (diferencia entre análisis).

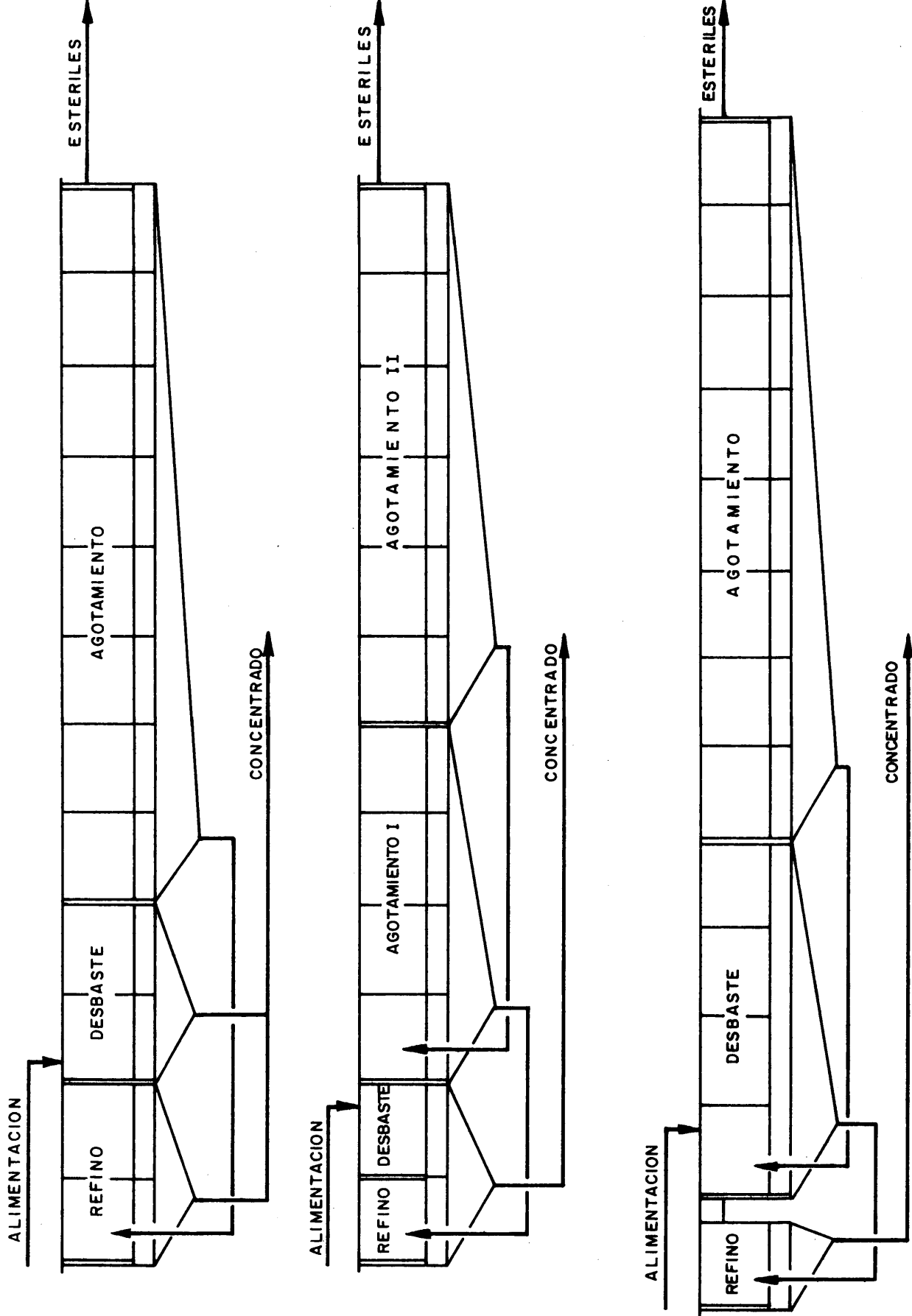


FIG. 42.—CIRCUITOS DE FLOTACION EN PLANTA PILOTO.

El esquema de experiencias comprendió cinco reactores, tomados al azar en el trabajo de una semana. Dos mitades de cada reactor. Cinco series de muestras de cada mitad y dos determinaciones analíticas por muestra. Las recuperaciones se calcularon a partir de las leyes de la alimentación (A), de los estériles (E) y de los concentrados (C), mediante la fórmula :

$$R(\text{Cu}) = \frac{C (A - E)}{A (C - E)} \times 100$$

$$R(\text{Peso}) = (A/C) R(\text{Cu})$$

Los resultados comprenden 100 series de datos y no se han presentado aquí a fin de aligerar el texto. Los datos originales se consideraron por medio del análisis de la varianza, del cual se presenta en la tabla 34 el correspondiente a la recuperación de cobre (%). Para encontrar la significación del cuadrado medio correspondiente a cada origen de variación se utilizó la prueba F, comparando dicho cuadrado con el de la combinación inmediatamente anterior.

Según la tabla indicada el factor más significativo en la variabilidad de la recuperación fué :

- la diferencia entre muestras (nivel 0,01),
- seguido de la diferencia entre mitades (nivel 0,05), y
- entre reactores (nivel 0,1).

Si se considera la varianza particular de cada fuente de variación el valor más alto, aunque sea al menos probable, correspondió a la diferencia entre reactores (11,58), seguido de la diferencia entre muestras (7,40).

Si se consideran las leyes de alimentación y productos frente a las varianzas particulares de cada fuente de variación, se vé que :

- en la alimentación la participación mayor fué la diferencia entre mitades,
- en el estéril la mayor fué la diferencia entre reactores,
- para el concentrado tuvieron valores altos los debidos a la diferencia entre muestras y entre mitades de reactores.

Relacionando estas variaciones con las de la recuperación, se podría pensar en la influencia que pudiesen tener la calidad de los residuos

Tabla 34. Análisis de la variabilidad del sistema de flotación.

| ANÁLISIS DE LA VARIANZA DE LA RECUPERACION DE COBRE (%)          |  |                    |                  |                                      |                                    |         |
|--|--|--------------------|------------------|--------------------------------------|------------------------------------|---------|
| Origen de la varianza  | Suma de cuadrados                      | Grados de libertad | Cuadrados medios | Componentes                          | Significación positiva en el nivel |         |
| Entre reactores  | 1.150,42                               | 4                  | 287,60           | $s_0^2 + 2s_1^2 + 10s_2^2 + 20s_3^2$ | (0,1)                              |         |
| Entre mitades en los reactores                                   | 279,59                                 | 5                  | 55,92            | $s_0^2 + 2s_1^2 + 10s_2^2$           | (0,05)                             |         |
| Entre muestras en las mitades                                    | 697,88                                 | 40                 | 17,45            | $s_0^2 + 2s_1^2$                     | (0,01)                             |         |
| Entre análisis en las muestras                                   | 132,60                                 | 50                 | 2,65             | $s_0^2$                              |                                    |         |
| TOTAL  | 2.260,49                               | 99                 | 22,83            |                                      |                                    |         |
| VARIANZAS PARTICULARES PARA CADA UNA DE LAS FUENTES DE VARIACION |  |                    |                  |                                      |                                    |         |
| Origen de la varianza  | Varianza basada en la consideración de |                    |                  |                                      |                                    |         |
|  | Recuperación %                         | Leyes de cobre, %  |                  |                                      | Concentrado                        |         |
|  |  | Alimentación       | Estéril          |                                      |                                    |         |
| Entre reactores  | $s_3^2$                                | 4                  | 11,58            | 0,0000                               | 0,0048                             | 0,0000  |
| Entre mitades  | $s_2^2$                                | 5                  | 3,85             | 0,0214                               | 0,0018                             | 2,5956  |
| Entre muestras   | $s_1^2$                                | 40                 | 7,40             | 0,0079                               | 0,0034                             | 9,9178  |
| Entre análisis   | $s_0^2$                                | 50                 | 2,65             | 0,0013                               | 0,0002                             | 0,0599  |
| TOTAL  | $\sigma^2$                             | 99                 | 22,83            | 0,0305                               | 0,0100                             | 12,6025 |
| Desviación típica total  | $\sigma$                               | 99                 | 4,76             | 0,17                                 | 0,10                               | 3,56    |



bien por estar lavado en grado diferente, o bien por estar más o menos envejecidos, lo que daría origen a variaciones en las leyes de los estériles de flotación aunque no en las leyes de la alimentación ni de los concentrados.

Teniendo en cuenta los hechos anteriores, se puede concluir que interesa :

- i) Experiencias prolongadas, p.ej. de una semana, que requieran bastantes reactores.
- ii) Evitar la diferencia entre mitades, empleando en el almacenamiento una pulpa espesa, p.ej. del 40 % en lugar de la del 20 %, que fué la que se utilizó en este caso.
- iii) Tomar muchas muestras por reactor, aunque luego se compongan para reducir el trabajo analítico.
- iv) El análisis fué la menor fuente de error y su realización se podría hacer por sencillez.

Con la precaución de utilizar pulpa del 40 % y 10 muestras por reactor, se logró reducir la desviación típica a 3,3 unidades para la recuperación y a 2,6 unidades para la ley del concentrado.

#### 7.7.3. Influencia de las diferentes variables.

El estudio de las variables, pH de la suspensión, dosis de colector (EXNa), tiempo de flotación, concentración en sólidos de la pulpa y estado de los residuos, se realizó utilizando un circuito típico de desbaste (4 caldas), agotamiento (6 caldas) y refino (2 caldas). Se usó un material que tenía una ley del 2,16 % en Cu.

##### 7.7.3.1. Estudio factorial con el pH, colector y tiempo.

Las tres primeras variables indicadas antes se estudiaron según un plan factorial completo a dos niveles con los valores siguientes :

|                           |       |   |       |
|---------------------------|-------|---|-------|
| A, pH de la suspensión    | 8     | y | 11,5  |
| B, dosis de colector, g/t | 60    | y | 120   |
| C, tiempo, min/seg.       | 14:30 |   | 22:00 |

Se utilizó una pulpa con el 20 % en sólidos. La granulometría tenía un 4,7% de retenido sobre 48- $\mu$  y el 40,7 % sobre 200- $\mu$ .

Los resultados experimentales, así como los más probables, se indican en la tabla 35 . Los datos experimentales para la recuperación de cobre y leyes del concentrado se sometieron al análisis estadístico. El análisis de la varianza resultante se indica en la tabla 36. A ésta cabe agregar :

a) Ley del concentrado. La única variable que ejerció una influencia significativa fué el incremento en el pH de la pulpa (efecto 7,1). El valor más probable para la ley del concentrado de flotación a pH 8 sería 16,9 % Cu, mientras que para pH 11,5 sería 24,1 % Cu.

b) Recuperación en peso. Únicamente fué sensible a la variación de pH. Su incremento supuso un efecto medio de -3,9 unidades.

c) Recuperación de cobre. Fué la respuesta más sensible a la modificación del tratamiento. Tuvieron significación positiva la modificación del pH y del tiempo de retención, así como la interacción de estas dos variables. El aumento del pH de la pulpa supuso el sacrificio de 8,1 unidades de recuperación. La disminución del tiempo de flotación llevó consigo una reducción de 4,2 unidades. Al modificar simultáneamente ambas variables había una compensación parcial (+2 unidades).

Desde el punto de vista de recuperación, interesa flotar a pH casi neutro, con tiempo largo (22 min). Los resultados a esperar son :

|                           |                |
|---------------------------|----------------|
| Ley del concentrado, % Cu | $16,9 \pm 5,9$ |
| Recuperación en peso, %   | 9,9            |
| Recuperación de cobre, %  | $87,9 \pm 4,5$ |

#### 7.7.3.2. Influencia de la concentración en sólidos.

Se estudió con el fin de ver si se podía utilizar una pulpa más concentrada (25 %) en sólidos y ahorrar volumen en la instalación. Los resultados obtenidos se indican en la tabla 35 . Los valores recogidos son medias correspondientes a 15 muestras. Las varianzas para la recuperación de cobre fueron : 6,68 y 5,46; mientras que para las leyes del concentrado los valores fueron : 3,65 y 4,89.

Tabla 35. Resultados de la flotación en planta piloto de los residuos de lixiviación.

| Condiciones                               |                 |                   |                    | Ley, Cu %                  |                   | Recuperación, % |                  |      |                        |
|---|-----------------|-------------------|--------------------|----------------------------|-------------------|-----------------|------------------|------|------------------------|
| A, pH                                     | B, Colector g/t | C, Tiempo po, min | D, Pulpa % sólidos | E, Ti-<br>po re-<br>síduos | Alimenta-<br>ción | Está-<br>ril    | Concen-<br>trado | Peso | Cobre<br>Exp. Probable |
| ESTUDIO FACTORIAL DE TRES VARIABLES       |                 |                   |                    |                            |                   |                 |                  |      |                        |
| 8,0                                       | 60              | 22                | 20                 | Nuevos                     | 2,03              | 0,315           | 16,76            | 10,5 | 86,4 87,9              |
|   |                 | 14                |                    |                            | 2,15              | 0,422           | 16,79            | 10,6 | 82,5 83,7              |
|   | 120             | 22                |                    |                            | 2,17              | 0,318           | 16,97            | 11,1 | 86,8 86,9              |
|   |                 | 14                |                    |                            | 2,32              | 0,349           | 17,39            | 11,1 | 83,5 81,7              |
| 11,5                                      | 60              | 22                |                    |                            | 2,02              | 0,452           | 26,46            | 6,0  | 79,1 77,8              |
|   |                 | 14                |                    |                            | 2,03              | 0,567           | 29,79            | 4,8  | 70,6 73,6              |
|   | 120             | 22                |                    |                            | 2,31              | 0,440           | 19,50            | 8,3  | 79,1 79,8              |
|   |                 | 14                |                    |                            | 2,23              | 0,455           | 20,57            | 8,5  | 78,1 75,6              |
| INFLUENCIA DE LA CONCENTRACION EN SOLIDOS |                 |                   |                    |                            |                   |                 |                  |      |                        |
| 8,0                                       | 60              | 22                | 20                 | Nuevos                     | 2,10              | 0,310           | 17,10            | 10,7 | 86,9 87,2              |
|   |                 |                   | 25                 |                            | 2,06              | 0,280           | 20,90            | 8,6  | 87,5 87,2              |
| INFLUENCIA DEL ENVEJECIMIENTO             |                 |                   |                    |                            |                   |                 |                  |      |                        |
| 8,0                                       | 90              | 22                | 20                 | Nuevos                     | 2,16              | 0,310           | 17,20            | 10,9 | 87,2 87,2              |
|   |                 |                   |                    | Viejos                     | 2,28              | 0,580           | 14,30            | 12,3 | 77,4 77,4              |

Tabla 36. Análisis de la varianza de la flotación en planta piloto.

| Origen de la variación       | Ley concentrado, % Cu | Recuperación, % |            |
|------------------------------|-----------------------|-----------------|------------|
|                              |                       | Cobre           | Peso       |
| Cuadrado medio (*)           |                       |                 |            |
| A, pH                        | 1,009 (2)             | 1,304 (2)       | 3,061 (1)  |
| B, dosis colector            | 2,953 (1)             | 9,901 (0)       | 6,319 (0)  |
| C, tiempo                    | 2,940 (0)             | 3,486 (1)       | 1,128 (-1) |
| AB,                          | 3,608 (1)             | 4,651 (0)       | 2,892 (0)  |
| AC                           | 1,930 (0)             | 6,612 (-1)      | 1,953 (-1) |
| BC                           | 4,371 (-1)            | 8,201 (0)       | 2,145 (-1) |
| ABC                          | 8,778 (-1)            | 5,951 (0)       | 2,485 (-1) |
| Error (15 gdl)               | 1,879 (1)             | 1,027 (1)       |            |
| Significación positiva nivel |                       |                 |            |
| A                            | 0,05                  | 0,01            | 0,1        |
| B                            | -                     | -               | -          |
| C                            | -                     | 0,1             | -          |
| AB                           | -                     | 0,05            | -          |
| Efectos                      |                       |                 |            |
| A                            | 7,1                   | -8,1            | -3,9       |
| B                            | -                     | -               | 1,8        |
| C                            | -                     | -4,2            | -          |
| AB                           | -                     | 2,0             | -          |
| TOTAL                        | 41,0                  | 161,5           | 17,7       |
| (*) ( ) Potencia de 10       |                       |                 |            |

Al comparar las recuperaciones por medio de la prueba t, se tendría :

$$\bar{s}^2 = (6,68 + 5,46) / 2 = 6,07$$

$$s = 2,46 \text{ unidades de porcentaje}$$

$$\phi = (N_1 + N_2) - 2 = 15 + 15 - 2 = 28 \text{ grados libertad (gdl)}$$

$$t_{\text{exp}} = \frac{\bar{x}_1 - \bar{x}_2}{\bar{s} / \sqrt{(1/N_1) + (1/N_2)}} = \frac{87,5 - 86,9}{2,46 / \sqrt{2/15}} = \frac{0,6}{0,9} \approx 0,67$$

El valor de t experimental (0,67) fué menor que el valor máximo probable (2,05) para el nivel de significación 0,05 y 28 gdl, luego ambas medias pertenecerían a la misma población y por consiguiente no habría diferencia entre ambas siendo el valor más probable para la recuperación de cobre el de 87,2 %.

Al aplicar la prueba t a las leyes del concentrado se tendría :

$$\bar{s}^2 = (3,66 + 4,89) / 2 = 4,27$$

$$s = 2,07 \text{ unidades de porcentaje}$$

$$t_{\text{exp.}} = \frac{\bar{y}_1 - \bar{y}_2}{\bar{s} / \sqrt{(1/N_1) + (1/N_2)}} = \frac{20,9 - 17,1}{2,07 / \sqrt{2/15}} = \frac{3,8}{0,75} = 5,04$$

En este caso el valor experimental de t fué superior al esperado (2,05) y por consiguiente las dos medias comparadas pertenecerían a poblaciones diferentes. Se tendría mejor ley cuando se flotase con pulpas de mayor concentración en sólidos.

#### 7.7.3.3. Influencia del envejecimiento de los residuos.

En la planta piloto se trabajó normalmente con residuos recién obtenidos. Sin embargo se consideró interesante probar qué ocurriría si en lugar de flotar enseguida los residuos se acumulasen para un tratamiento posterior. En los ensayos se utilizaron residuos nuevos y otros envejecidos un mes.

Los resultados obtenidos se indican en la tabla 35 . Los valores

indicados son medias de 14 muestras para el primero y de 20 para el segundo. Las varianzas para las recuperaciones de cobre fueron 8,05 y 10,47, mientras que para las leyes del concentrado se tuvieron valores de 10,09 y 7,45.

En la comparación de las recuperaciones se tendría como antes :

$$\bar{s}^2 = (N_1 s_1^2 + N_2 s_2^2) / (N_1 + N_2) = 9,47$$

$$\bar{s} = 3,07 \text{ unidades de recuperación con}$$

$$\phi = (N_1 + N_2) - 2 = (14 + 20 - 2) = 32 \text{ gdl}$$

$$t_{\text{exp}} = \frac{\bar{x}_1 - \bar{x}_2}{\bar{s} \sqrt{(1/N_1) + (1/N_2)}} = \frac{87,2 - 77,4}{(3,07) (0,348)} = \frac{9,8}{1,07} = 9,15$$

El valor calculado para t (9,15) a partir de los datos experimentales fué superior al valor máximo posible para una población única (2,04 para el nivel de 0,05 y 32 gdl) luego ambas medias eran diferentes con un valor más alto para los residuos nuevos.

Al comparar las leyes de los concentrados se tendría :

$$\bar{s}^2 = (N_1 s_1^2 + N_2 s_2^2) / (N_1 + N_2) = 8,42$$

$$\bar{s} = 2,90 \text{ unidades con}$$

$$\phi = (N_1 + N_2 - 2) = (14 + 20 - 2) = 32 \text{ gdl}$$

$$t_{\text{exp}} = \frac{\bar{y}_1 - \bar{y}_2}{\bar{s} \sqrt{(1/N_1) + (1/N_2)}} = \frac{17,20 - 14,30}{(2,90) \times (0,348)} = \frac{2,90}{1,01} = 2,88$$

También en este caso se obtuvo un valor experimental (2,88) para t mayor que el máximo posible y por consiguiente las leyes de los concentrados eran diferentes. En consecuencia, se podía concluir que el envejecimiento de los residuos era perjudicial tanto para la recuperación como para la ley del concentrado.

#### 7.7.4. Análisis de un circuito típico.

A título ilustrativo y como detalle de la operación de flotación en la planta piloto se ha recogido en la figura 43 el análisis de un cir

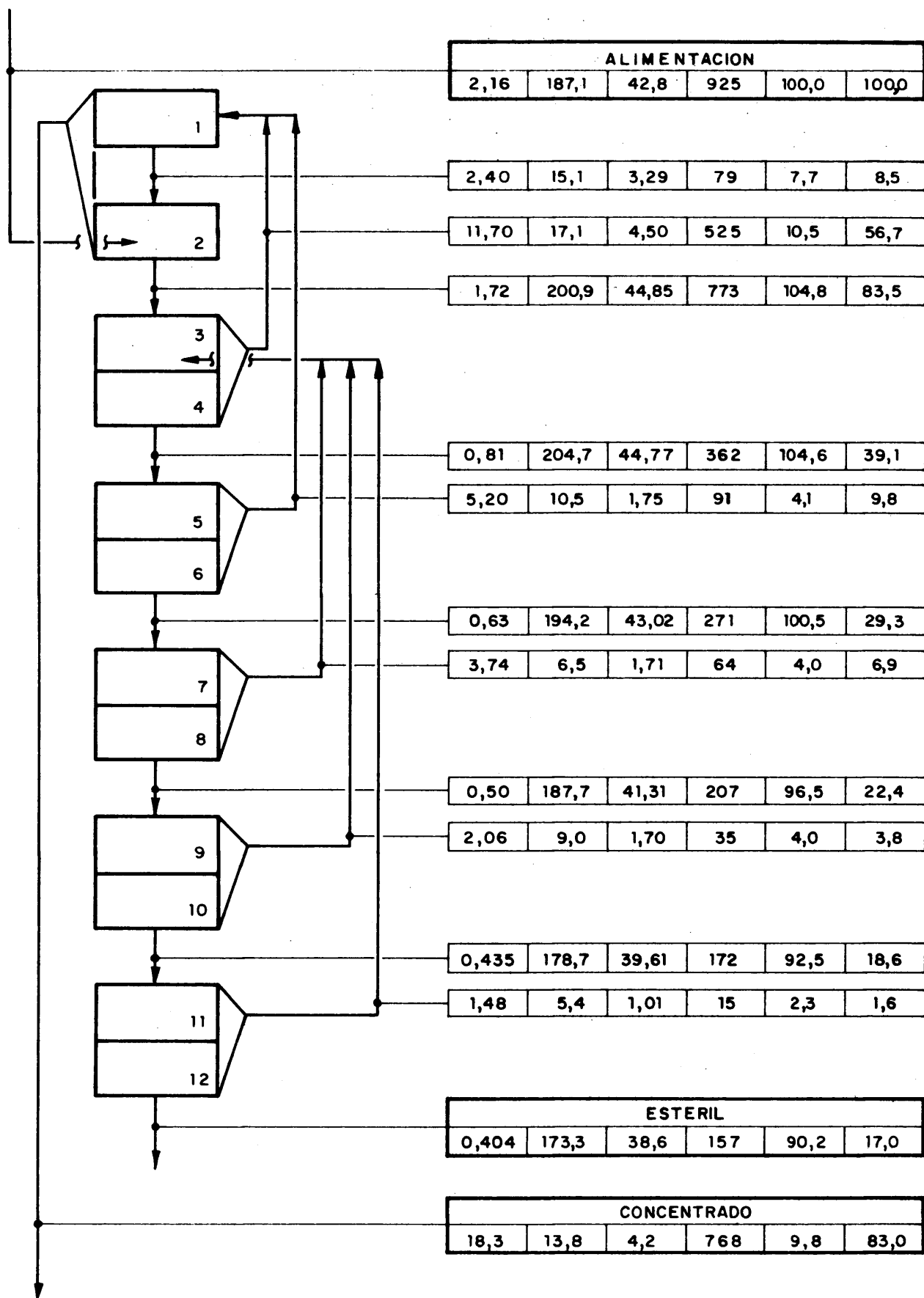


FIG. 43.- CIRCUITO TIPICO DE FLOTACION.

cuito típico.

#### 7.7.5. Resumen y comparación con la flotación de laboratorio.

Concretando en pocas palabras lo referente a este apartado, así como volviendo a lo expuesto antes (6.7.) se podría notar que :

a) Los sistemas de flotación de planta piloto tienen una variabilidad relativamente alta, coeficiente de variación del 6 %. La participación mayor se debe al muestreo mientras que la más baja se debe al análisis. Esto llevaría a un esquema de trabajo con toma frecuentes de muestras y composición para ahorrar análisis. La influencia de la alimentación también es notable y por ello interesan experiencias prolongadas, una semana o más.

b) Los resultados de la experimentación factorial en planta piloto confirmaron, y en parte mejoraron, las conclusiones de laboratorio. Se logró aumentar la recuperación de cobre al 87,9 % (tres unidades más que en el laboratorio) con una ley del 16,9 %. Este valor fué algo bajo pero su elevación llevaría implícita una disminución de la recuperación.

Se confirmaron las condiciones pH (8) y tiempo (20-22 min) establecidas en el laboratorio y se pudo reducir la dosis de colector de 120 á 80 g/t. En definitiva se podría decir que los resultados de laboratorio fueron directamente extrapolables.

c) La operación de planta piloto mostró que se podía aumentar la concentración de la pulpa al 25 % sin perder recuperación y mejorando la ley del concentrado en 3,8 unidades hasta 20,9 % Cu.

d) El envejecimiento de los residuos era perjudicial, pues con un mes de almacenamiento se perdían 10 unidades en el porcentaje de recuperación. En consecuencia interesaba montar un sistema de flotación para tretar inmediatamente de su producción los residuos que se pudiesen originar en un posible tratamiento de las menas dobles de uranio-cobre.



## CAPITULO VIII

RESUMEN  
Y  
CONCLUSIONES

## 8. RESUMEN GENERAL Y CONCLUSIONES.

Teniendo en cuenta la extensión y variedad del trabajo expuesto anteriormente, se van a tratar de resumir de forma escueta, los aspectos más fundamentales. Conscientemente y en aras de la claridad no se entra en discusiones ni detalles, que se puedan encontrar en la parte correspondiente de los capítulos precedentes. Hay que resaltar sin embargo que de esta experimentación se deducen dos enseñanzas valiosas :

- unas las referentes al mineral, objetivo principal del trabajo, y
- otras las que proceden de haber realizado la experimentación a dos escalas diferentes.

La importancia de las primeras es obvia; pero también conviene resaltar el interés que tiene poder dar una valoración a los datos resultantes de la experimentación más simple (laboratorio) que generalmente es la más accesible, rápida y barata.

Hechas estas salvedades se pasa a enumerar los hechos y las deducciones más interesantes, y que son :

1. Las menas dobles de uranio-cobre (sulfuros + óxidos) son susceptibles de beneficio por un diagrama que comprende las etapas de :

- preparación del mineral,
- lixiviación del mineral todo-uno,
- separación sólido-líquido por decantación en contracorriente,
- recuperación del uranio por cambio de ión,
- cementación del cobre disuelto,
- recuperación por flotación del cobre sulfuro que existe en los residuos.

2. Los resultados a esperar en un tratamiento de este tipo, son :

- 85,9 % de recuperación del uranio como un concentrado de uranato sódico de ley alta 85,5 %  $U_3O_8$ .
- 91,3 % de recuperación de cobre, en forma de cemento (72,8 %) de ley alta 72 % Cu y el resto (18,5 %) como concentrado de flotación del 16,9 % Cu.

3. Un diagrama en competencia, con flotación inicial del mineral todo-uno, daría resultados más bajos y exigiría mayor complejidad de realización.

4. Las principales exigencias para el diagrama propuesto en 1., serían :

a) Molienda a -48- $\mu$ . El mineral resultó tener un índice de trabajo  $W_i = 6,3$  kWh/t.

b) Espesamiento neutro de la pulpa molida, agregando 9 g/t de floculante y proporcionado áreas unitarias de  $0,9$  m<sup>2</sup>/t/d.

c) Lixiviación con 110 kg/t de ácido sulfúrico, 60 °C de temperatura y 12 h de agitación.

d) Decantación con cuatro etapas en contracorriente, con 3 m<sup>3</sup>/t de líquido de lavado, 70 g/t de floculante y áreas unitarias de  $0,5$  m<sup>2</sup>/t/d.

e) Ajuste de pH de los líquidos con 3 kg/m<sup>3</sup> de cal y 2 h de agitación.

f) Fijación del uranio en tres columnas de resina fuertemente catiónica con 6 minutos de tiempo de retención en cada una. El inventario de resina correspondería a 25 l/kg U<sub>3</sub>O<sub>8</sub>.

g) Elución nítrica del uranio con 20 min de tiempo de contacto, 8,7 kg NaNO<sub>3</sub>/kg U<sub>3</sub>O<sub>8</sub> y 2,4 kg HNO<sub>3</sub>/kg U<sub>3</sub>O<sub>8</sub>.

h) Neutralización parcial del alúido con 4 h de agitación en una primera fase, agregando 0,25 kg FeSO<sub>4</sub> · 7H<sub>2</sub>O/kg U<sub>3</sub>O<sub>8</sub> y 0,8 kg CaO/kg U<sub>3</sub>O<sub>8</sub>.

i) Precipitación de concentrado por agitación durante 4 h, con 0,2 kg NaOH/kg U<sub>3</sub>O<sub>8</sub>.

j) Cementación por canalao con 2 h de retención y 1,2 kg Fe/kgCu.

k) Neutralización de los estériles con 4 kg Cal/t y agitando 2 h.

l) Flotación del cobre con 60 g/t EXNa, 30 g/t de aceite de pino, pH 8, pulpa al 25 % en sólidos y 22 min de tiempo de retención.

m) Espesamiento de los concentrados con  $0,6 \text{ m}^2/\text{t/d}$  y  $40 \text{ g/t}$  de floculante y  $0,35 \text{ m}^2/\text{t/d}$  para filtración, referidos a concentrados o la décima parte referido a mineral.

5. El estudio ha permitido sacar orientaciones sobre el paso de escala del laboratorio (discontinua) a piloto (continua). De acuerdo con las mismas se podría, ante exigencias fuertes, establecer los parámetros para una realización industrial en base a los datos del laboratorio y con las salvedades de :

a) Molienda. En marcha continua se mejoran los resultados y en consecuencia los datos de laboratorio son conservadores.

b) Lixiviación. Los datos del laboratorio son optimistas para tiempos cortos (solubilizaciones menores del 80 %) mientras que para otros factores son extrapolables.

c) En decantación los datos de laboratorio son conservadores en un factor de aproximadamente al 80 %.

d) Cambio de ión. En el laboratorio se obtienen resultados algo mejores que en la planta piloto.

e) Cementación. Los datos de planta piloto con canaleo son intermedios entre los de agitación y columnas de laboratorio.

f) Flotación. Hubo coincidencia entre ambas escalas en lo que respecta a la magnitud más importante, tiempo de retención. La operación continua mejora algo las exigencias de reactivos y los resultados.

6. Por último hay que señalar que este estudio se aplicó en el funcionamiento de la Fábrica de Uranio G.H.V. de Andújar. Los resultados fueron satisfactorios y los datos obtenidos constituyeron un cuerpo de información para la aplicación no solo al funcionamiento normal de la fábrica sino también en la adaptación de este a la evolución del mineral con la vida del yacimiento.

## CAPITULO IX

## BIBLIOGRAFIA

## 9. BIBLIOGRAFIA.

- (1) Burkin, A.R. : The Chemistry of Hydrometallurgical Processes, E. & F.N. Spon Ltd., Londres (1.966), 1.
- (2) Welch, A.J.E. : Some general chemical principles in extraction of metals from low-grade ores. Extraction and Refining of the Rarer Metals, I.M.M. Londres (1.957), 1-14.
- (3) Lloyd, P.J. : Economic recovery of low-grade uranium values from Witwatersrand ores. The Recovery of Uranium, O.I.E.A., Viena (1971) 438-454.
- (4) Sherman, J.T. : Uranium, E/M.J. (1.972) 173 (3), 140-143.
- (5) Messiah, A. : Etablissement des normes de pureté nucléaire, Journées de la Pureté Nucléaire, C.E.A., Paris (1.963).
- (6) Harrington, C.D. y Riehle, A.E. : Uranium Production Technology, Van Nostrand Comp. Inc. New Jersey (1.959).
- (7) Heinrich, E.W. : Mineralogy and Geology of Radiactive Raw Materials. Mc Graw Hill, New York (1.958).
- (8) Clegg, J.W. y Foley, D.D. : Uranium Ore Processing. Addison-Wesley y Publishing Comp. Inc. Reading (Mass.) (1.958).
- (9) Arribas, A. : Estudio petrográfico, mineralógico y metalogénico de los yacimientos españoles de minerales radiactivos. Tesis doctoral Universidad Complutense, Madrid (1.961).
- (10) Acha, A., Arteaga, R., Cabañas, J., Fernández Polo, J.A., Mingarro, E., Ramírez, A., Rendiz, E., Suárez, E. : Descripción de las principales mineralizaciones uraníferas de España y su clasificación por tipos genéticos. J.E.N., Madrid (1.963).
- (11) Membrillera, V. : La División de Investigación y Explotación Minera de la Junta de Energía Nuclear ante el plan de desarrollo económico y social. Actas Segundas Jornadas Nacionales Minerometalúrgicas, As. Nac. Ing. Minas, Madrid (1.966) II-492.
- (12) Jodra, L.G., Perarnau, M. y Luña, A.P. : Tratamiento de los minerales de uranio de Sierra Albarrana. JEN-30, JEN, Madrid (1.957).
- (13) Josa, J.M., Merino, J.L., Villoria, A. : Lignitos radiactivos españoles, naturaleza y solubilización del uranio. Processing of Low-Grade Uranium Ores, OIEA, Viena (1.967), 157-171.
- (14) Regife, J.M. : Estudio de la recuperación de uranio de ácido fosfórico. Tesis doctoral. Universidad Complutense, Madrid (1.971).
- (15) Laxen, G.A. : Factors in the dissolution of uranium from South African ores and observations on the nature of the undissolved uranium. Unit Processes in Hydrometallurgy, A. Gordon and Breach Science Publishers New York (1.963), 143-166.

- (16) Estrada, J., Uriarte, A. : Tratamiento de disoluciones de lixiviación de minerales de uranio en presencia de fosfatos. Comportamiento en las etapas de ajuste de pH, cambio de ión y precipitación de concentrados, JEN-106, J.E.N. Madrid (1.962).
- (17) Huttel, J.B. :  $U_3O_8$  production now under way at Ambrosia Lake District. E/M.J. (1.958) 159 (7) 87-92.
- (18) Halpern, J., Forward, F.A. y Ross, A.H. : Effect of roasting on recovery of uranium and vanadium from carnotite ores by carbonate leaching. Trans AIME (1.957) 208, 1129-1134.
- (19) Woodhouse, D.W. : The recovery of copper from White's uranium ore at Rum Jungle, N.T., Territory Enterprises Pty Ltd, Tech. Report, nº 24 (1.958).
- (20) J. Rodrigo : Anteproyecto de una planta para procesar el mineral cupro-uranífero de Hualul - Agua Botada (Prov. Mendoza) C.N.E.N.A. Buenos aires, (1.963).
- (21) White, L. : Renovated Atlas Mill Will Produce Uranium, Vanadium and Copper, E/MJ (1.976) 177 (1) 87-91.
- (22) Forward, F.A. y Halpern, J. : Separation of Uranium and Copper during the Acid Pressure Leaching of Sulphidic Uranium Ores. Trans. I.M.M. (London) (1.957), 66.
- (23) Levin, J. : Concentration Tests on the Gold-Uranium Ores of the Witwatersrand for Recovery of Uranium; en Uranium in South Africa 1.946-1.956, a Joint Symposium, Ass. Scien. Tech - Soc. S. Africa (1.957) 1, 342-387.
- (24) Behan, H.L. : The Eldorado Gravity Plant, Port Radium N.W.T., C.I.M. Bull (1.956) (528), 254-261.
- (25) Patching S.W.F. : The Chemical and Physical Concentration of Uranium Ores; en Extraction and Refining of the Rarer Metals. I.M.M. Londres (1.957) 107-118.
- (26) Almond, J.N. : Treatment of Radium Hill Concentrates for the Recovery of Uranium. Aust. Atomic Energy Symp. 1.958, Melbourne University Press (1.959) 67-74.
- (27) George, D.R. y Eisenhower, R.A. : Flotación y lixiviación de productos procedentes de minerales de Utax con alto contenido en cal; USAEC, Report WIN-2 (1.954).
- (28) Gautier, R. : Perspectives nouvelles dans le traitement des minerais d'uranium et l'obtention de concentrés directement utilisables (IAEA-84-135/38). En The Recovery of Uranium - IAEA - Viena (1.971) 17-32.
- (29) Bettens, A.H. y Lapointe, C.M. : Electronic Concentration of Low-Grade Ores with the Lapointe Picker. Canada Department of Mines. Technical Paper (1.955) (10) 7 pp.

- (30) Barthelmes, A. : Description de l'atelier de Préparation des Minerais du Forez du C.E.A. Rev. Ind. Min (numéro especial) (15 Mayo 1.963), 50 - 64.
- (31) Thunnes, A. y Calborne, G.F. : Auxiliary Processes in the Beaverlodge Uranium Leaching Plant, en Unit Processes in Hydrometallurgy, Gordon and Breach Sci. Publ. New York (1.964) 683 - 696.
- (32) Davies, D.B, Dreissen, H.H y Oliver, R.H. : Progrés réalisés, dans la separation en milieu dense des minerais fins dans un hydrocyclone, en 6<sup>eme</sup>. Congres Int. de la Preparation des Minerais, S.I.M. Cannes (1.963) 378 - 400.
- (33) Peterson, A. : Ranstad, a New Uranium-Processing Plant, en Processing of Low-Grade Uranium Ores. I.A.E.A. Vienna (1.967) 193-209.
- (34) Ginocchio, A. : Dos casos de tratamiento físico de menas de uranio. En Actas Conf. Int. U.E.F.P. Naciones Unidas, Ginebra (1956) 8, 158 - 160.
- (35) Grimes, M.E. : Rio Algon Investigation into Preconcentration of Uranium Ore. Trans SME, AIME (1.973) 254, 312 - 318.
- (36) Smith, A.D. : Flotation of Uranium Ore from the Bancroft Area, Ontario. Canadian Dept. Mines and Tech. Surveys Branch. Spec. Rept. SRR 480/56 (1.956).
- (37) Elgeles, M.A. et al : Flotation of Pitchblende from Synthetic Mixtures and Ores. Proc. 2nd UN Int. Conf. P.U.A.E. (1.958) 3, 147 - 153.
- (38) Mariacher, B.C. : Preconcentration of primary Uranium Ores by Flotation. Min. Engng. (1.956) 8, 1006 - 1008.
- (39) Read, F.D. et al. : Flotation of Uranium and Pyrite at Vogels-truisbult Gold Mining Areas Ltd, en Uranium in South Africa, 1.946 - 1.956, a joint Symposium Ased. Sci. and Tech. Soc. Africa (1.957) 2, 208 - 248.
- (40) Honeywell, W.R. y Harrison, V.F. : Two-Stage Flotation Treatment of Uranium Ore from Faraday Uranium Mines Ltd. Trans. CIM (1.963) 65, 280 - 284.
- (41) Fitzgerald, M.L. y Kelsall, D.F. : Pilot Plant Concentration of Mindola Uranium Ore, en Extraction and Refining of the Rarer Metals, I.M.M. London (1.957), 163 - 174.
- (42) Brinker, F.A. : Concentration of Vanadium and Uranium Ore at Monument No. 2 Mine of Vanadium Corporation of America. National Western Conference of the Colorado Mining Association, Denver (3 Feb. 1.956).
- (43) Baletski, V.I. : Filtration Properties of Rock During Underground Leaching Uranium by  $H_2SO_4$ , At. Energ. (1.971) 31 (5), 518-520.



- (44) Woody, R.J., George, D.R., Petrow, H., Brayman, J.B. y Porter, E.S. Laboratory Investigation of Dakota Lignites. USAEC Report WIN-54 (1.957) 167 pp.
- (45) Hassdalis, M.D. y Musa, R.C. : Some Unusual Problems Met. in the Recovery of Uranium from a Very Low Grade Ore, Proc. UN Int. Conf. PUAE (1.955) 8, 13-18.
- (46) Pollara, F.Z. et al. : Recovery of Uranium from Chattanooga Shale. Proc. UN Int. Conf. PUAE (1.958) 3, 229-233.
- (47) Gasós, P. : Estudios de lixiviación de minerales de Uranio en Pizarras de la Zona de Salamanca. Tesis Doctoral. Universidad Complutense. Madrid (1.967).
- (48) Richardson, A.C. : The Recovery of Uranium from Carnotite Ores; USAEC Report BMI-JDS-195 (1.949).
- (49) Asmund, G. : Chemistry and Kinetics of the Sulphating Roasting of Uranium-Bearing Silicates. RISO-Report (1.971), nº 253.
- (50) Galvanek, P. : A solvent Leaching Process for the Production of High-purity Uranium Products Directly from Low-Grade Ores. USAEC Report WIN-31 (1.955).
- (51) Forward, F.A. et al. : Studies in the Carbonate Leaching of Uranium Ores. Trans. CIM (1.953), 56, 344.
- (52) Mc. Claine L.A. et al. : The Carbonate Chemistry of Uranium : Theory and Applications, en Proceeding UN Int. Conf. P.U.A.E. 8, New York : United Nations (1.956) (P/526 p. 26 ).
- (53) Hollis, E.T. : Sandpilot Operations of the Ammonium Carbonate Leaching of Uranium Ores. USAEC, WIN - 37 (1.956).
- (54) Mc Glone, P. : Factors Influencing the Extraction of Uranium from Minerals and Ores. Part. II, Studies on the Solutions of Uranium Dioxide in Sodium Carbonate Solution in the Presence of Oxidizing Agents UKAEA Report CRL/AE-59 (Teddington, 1.950).
- (55) Miller, R.P. et al. : Factors Influencing the Extraction of Uranium from Minerals and Ores. Part. 5. Studies on the Extraction of Uranium from Pitchblende with sodium Carbonate Solutions in the Presence of Oxidizing Agents. UKAEA Report CRL/AE-68 (Teddington, 1.950).
- (56) Clifford, W.E. et al. : Catalysis of Air and Hypochlorite Oxidation of Uranium Compounds in Carbonate Leach Slurries. USAEC, report RMD-2621 (1.956).
- (57) Magno, P.J. y DeGesa, M.A. : Oxidants in Carbonate Leaching of Uraniferous Ores. USAEC Report, WIN-86 (1.957).

- (58) Schortmann, W.E. y DeSesa, M.A. : Kinetics of the Dissolution of Uranium Dioxide in Carbonate-Bicarbonate Solutions, USAEC Report, WIN-89 (1.958).
- (59) Mancantelli, R.W. y Woodward, J.R. : Use of Autoclaves and Flash Heat Exchangers at Beaverlodge. J. Metals (1.955) 7, 751-755.
- (60) Beverly, R.G., Griffith, A.W. y Millsep : Atmospheric vs Pressure Leaching of Uranium Ores. Mining Engng. (1.957) 9, 982-988.
- (61) Merritt, R.C. : The Extractive Metallurgy of Uranium. Colorado School of Mines, Golden, Colorado (1.971).
- (62) Lannemann, W.L. : How to Extract Uranium from Ores : E/MJ (1.954), 155, (9), 104-115.
- (63) Pinkey, E.T., Lurie, W. y VarZyl, P.C.N. : Chemical Processing of Uranium Ores, O.I.E.A., Colección de monografías, nº 23. Viena (1.962).
- (64) Jodra, L.G. y Joss, J.M. : Tratamiento de Minerales de Uranio, O.I.E.A., Colección de monografías, nº 24, Viena (1.962).
- (65) Ross, A.H. : Uranium Metallurgy. C.I.M. Bull (1.956), 570-576.
- (66) Arden, T.V., Napier, E. y Wells, R.A. : Factors Influencing the Leaching of Uranium from Minerals and Ores, en Compte-Rendu du Colloque sur les Traitements des Minerais d'Uranium S.E.E.A., C.E.N. Saclay, Gif sur Yvette (1.956), 17-42.
- (67) Thunnes, A. et al. : Development of Port Radium Leaching Process for the Recovery of Uranium. Can. Dept. Mines and Tech. Surveys, Paper 13 (1.955).
- (68) Macdermid, B.G. y Guglielmin, L.G. : Uranium Milling at Stanrock Uranium Mines Limited, Some Economic Evaluations, en Unit Processes in Hydrometallurgy, Gordon and Breach, Sc. Pb, New York (1.964), 869-885.
- (69) Kanasky, E.A., Philippov, A.P., Nesmeyanova, G.M. : Heterogeneous Oxidation of  $UO_2$  and Uranium Leaching Processes in Acid Solutions. Proc. UN Int. Conf. PUAE (1.964).
- (70) Gaudin, A.M. : Principles and new developments in uranium leaching, en Proc. Int. Conf. P.U.A.E. Naciones Unidas. New York (1.955) 8 (P. 529), 8.
- (71) Lillie, D.F. y Tremblay : Leaching of Uranium from gravity mill tailings at Port Radium N.W.T. Trans. C.I.M. (1.956) 59, 162-173.
- (72) Aljazashvili, G.M., Nesmeyanova, G.M. y Kuzmina, L.N. : Influencia de ciertos minerales de hierro en la lixiviación ácida de menas uraníferas; Atomnaya Energiya (1.963) 15, 313-317.

- (73) Toohy, J. y Kaufman : The relationship between oxidation re-  
duction potential and valence state of iron, vanadium and uranium  
in sulfuric acid leach liquors, USAEC Report ACCO-60 (1.954).
- (74) Pinkey, E.T. : The chemistry of the uranium leaching process in  
South Africa; en Uranium in South Africa (1.946-1.956), a joint  
Symp Ass. Sci. and Tech. Soc. South Africa (1.957), 2, 15-31.
- (75) Leger, R. : Stude pratique d'une usine utilisant les resines  
echangeuses d'ions; Compte-rendu du Colloque sur les traitements  
des mineraux d'uranium S.E.E.A., C.E.N. Saclay, Gif sur Yvette  
(1.956) 89-102.
- (76) Gow, W.A. y Ritcey : The Treatment of Canadian uranium ores,  
A review; Trans. CIM (1.969) 62, 361-370.
- (77) Thomas, P.N. : Studies of the effects of various types of agita-  
tion on the extraction of uranium from a sample of Ute ore;  
USAEC Report WIN-29, (1.955).
- (78) Jose, J.M.; Merino, J.L. y Gasós, P. : El empleo de reactores  
pachuca en hidrometalurgia; Rev. de Metalurgia (1.967) 3, (1),  
48-57.
- (79) Couche, R.A. y Hertley, F.R. : Features of the development of  
chemical processing for Mary Kathleen ores; en Aust. Atomic.  
Energy Symp. Melbourne Univ. Press, Melbourne (1.959), 75-85.
- (80) Mitchell, J.H. y Roach, A.G. : Handling of acid slurries at Al-  
gom Nordic; Trans. CIM. (1.961) 64, 229-236.
- (81) Craib, S. y Maxwell, D.C. : Basic principles on uranium plant de-  
sign; en Uranium in South Africa (1.946-1.956) a joint Symp. Ass.  
Sci. and Tech. Soc. South Africa (1.957) 1, 413-471.
- (82) Jamrack, W.D. : Rare metals extraction by chemical engineering  
techniques; Pergamon Press. Londres (1.963).
- (83) Stanley A. et al. : Two stage leaching tests on Ute ore; USAEC  
Report ACCO-52 (1.954).
- (84) Nichols, I.L., Ross, J.R., Tame, K.E. y Rosenbaum, J.B. : Pro-  
cessing of the Golden Cycle Blend of Colorado Front Range Ura-  
nium Ores (AEC-455.26). U.S. Bureau of Mines Research Report  
No. 53.1 (1.959).
- (85) Ritchie, M.I. : Utah Construction and Mining Company's Unique  
Shirley basin uranium mill (IAEA-8M-135/22). En The Recovery of  
Uranium, IAEA, Viena (1.971), 147-156.
- (86) Radiactivity Division, Mines Branch, Ottawa : Processing the  
Blind River Ores; Can. Mining J (1.956) 77 (6), 145.

- (87) Muret, P. y Sartorius : El tratamiento químico de los minerales de uranio en Francia; en Actas II Conf. Int. N.U. sobre UEAEP, Vol. 2, Materias primas, N.V. Ginebra (1.958), P/1254, 441-446.
- (88) Lavastre, M., Martín, L. : L'usine de traitement chimique d'uranium de Bessines; Rev. Ind. Min. (15 Mayo'63), 81-89.
- (89) Leger, J.E. y Boutonnet, G. : Arlit uranium mill uses strong acid leach process; World Mining (1.974), (5), 40-42.
- (90) Staff R + D Branch South Australian Depart Mines : Technical aspects of uranium ore treatment in Australia; en Int. Mineral Processing Cong. 1.960, I.M.M. Londres (1.960) 865-882.
- (91) Gray, P.M.J. : Extraction of uranium from a pyritic ore by acidic pressure leaching, Bull I.M.M. (1.955), (588) 55-64.
- (92) Forward, F. y Halpern, J. : Acid pressure leaching of uranium ores; J. Metals (1.955) 7 (3) 463.
- (93) Sousa Byrne, J. : Natural leaching of low grade ores in Portugal; S.E.E.A. Compte-Rendu du Colloque sur la Preparation et la Concentration Physique des Minerais d'Uranium J.E.N. Lisboa (1.957) 111-116.
- (94) Miller, R.P., Napier, E., Wells, R.A. : Natural leaching of uranium ores, 1. Preliminary tests on Portuguese ores; Audaley, A. y Daborn, G.R. : 2. A study of the experimental variables; 3. Application to specific ores. Trans. I.M.M. (1.963) 72 (4) 217-254.
- (95) Cecchetto, A.M., Coppa, R.C., DelBoca, R., Licha, A. y Stipanich P.M. : Aplicación de la lixiviación en pilas al tratamiento de minerales argentinos. Actas III Int. Conf. P.U.A.E., 12, Naciones Unidas. New York (1.964), P/768, 204-211.
- (96) Mashbir, D.S. : Heap leaching of low grade uranium ore; Mining Congress, J. (1.964) 50 (12), 50-54.
- (97) Lecoq, J.J, Muret, P., Pottier, P. y Sugier, P. : Application de la lixiviation par capillarité a l'extraction de l'uranium dans les minerais; 6<sup>ème</sup> Congr. Int. Preparation des Minerais. Cannes 1.963, S.I.M. Saint-Etienne (1.964) 274-289.
- (98) Zefirov, A.P. : Underground leaching. A method for economic extraction of uranium from low-grade ores, en Processing of Low-Grade Uranium Ores, I.A.E.A., Viena (1.967) 210-215.
- (99) Cordero, G., Gasó, P., Merino, J.L. y Suárez, E. : Lixiviación estática de minerales españoles de uranio, en Processing of Low-Grade Uranium Ores, I.A.E.A., Viena (1.967) 172-192.
- (100) Hormander, O, Gellin, R. : How Sweden is developing its low grade U<sub>3</sub>O<sub>8</sub>, World Mining (1.963) 16 (3), 28-31.

- (101) Sugier, P., Chapot, G. y Blachon, G. : Application de la lixiviation statique à l'extraction de l'uranium dans les minerais, Rev. Ind. Min. (1.968) 50 (5) 397-407.
- (102) Harrison, V.F., Gow, W.A. e Ivanson, K.C. : Leaching of uranium from Elliot Lake ore in the presence of bacteria. Canadian Mining J (1.966) 87 (5), 64-67.
- (103) Gasós, P., Josa, J.M., Cordero, G., Merino, J.L., Villoria, A. y González, E. : Aplicación de la lixiviación estática a minerales marginales de uranio (IAEA-9M-135/ 36) en The Recovery of Uranium IAEA, Viena (1.971), 159-171.
- (104) D'Andrade, J.F., Pich, H.C., Videira, F.M. : Chemical treatment of uranium ores at the mines in a semimobile plant. Proc. Int. At. Conf. PUAE, 12, Naciones Unidas, New York (1.964) P/503.187-193.
- (105) Shoemaker, R.S. y Darrah, R.M. : The economics of heap leaching. Mining Engineering (1.968), 21, (12), 68-90.
- (106) White, L. : In-situ leaching opens new uranium reserves in Texas, E/M.J. (1.975) 176 (7) 73-81.
- (107) Rosenbaum, B. y Bruce Clemmer, J. : Espesamiento y filtración acelerada de pulpas obtenidas por lixiviación del uranio. Actas Conf. Int. UEAFP, Naciones Unidas, Ginebra (1.956) 8, P/528, 45-52.
- (108) Cornell, C.F., Emmett, R.C. y Dahlstrom, D.A. : Engineering continuous filtration to the uranium ore-processing flow-sheet. Chem. Engng. Progress, Symp. Series (1.959) 55 (22) 139-157.
- (109) Peterson, L.E. y Opie, J.W. : Flocculation of slimes by guar. I/EC (1.958) 50 (7) 1013 - 1016.
- (110) The Mill Staff : Uranium oxide recovery at Consolidated Denison. Trans, C.I.M. (1.962) 66 121-131.
- (111) Mc. Carty M.F. y Olson, R.S. : Poliacrilamides for the mining Industry. Mining Engng. (1.959) 11 (1) 61-65.
- (112) Baillie, M.G. y Thomas, J.A. : Planned changes in the Mary Kathleen treatment plant, AAEC Symposium on Uranium Processing AAEC/E 238-P/VI, AAEC, Res. Est., Lucas Heights - Australia (1972).
- (113) López Pérez, B., Uriarte, A. y Estrada, J. : El sistema de cambio de ión. En Fábrica de Uranio General Hernández Vidal. Monografías de la Junta de Energía Nuclear, nº 1, JEN, Madrid (1.966), 122-141.
- (114) Bryce, J.D. y Thompson, J.M. : The Biccroft Uranium Mines Operations. Comunicación 8820P1 al Annual Meeting AIME (1958, Febrero).

- (115) Seston, F.A. : Mines Development Inc., Edgemont (SD), WKE-NO.K8-828 Bull. Denver Eq. Comp., Colorado (1.962).
- (116) Lloyd, P.J. Economic recovery of low-grade uranium value from Witwatersrand Ores. A review of progress. En The Recovery of Uranium, IAEA, Viena (1.971) 437-454.
- (117) Buhler, M.F., Fernández, O., Rodríguez, J.R. y Pozzi, G. : Aplicación del método del fosfato uranoso a la recuperación de uranio del mineral argentino de Malargüe, Mendoza; en Actas II Conf. Int. s U.E.A.F.P., Vol. 2, Materias Primas, N.U. Ginebra (1.958) P/1564, 466-491.
- (118) Arden, T.V. y Hartutt : The separation of uranium from other metals in sulphate solution by fractional hydrolysis, I. Hydrolysis in sulphate solution, J. Appl. Chem. (1.958) 8, 141-159.
- (119) Bodu, R. : Recent development in the chemical treatment of uranium ores in France; en Int. Mineral Processing Cong. 1.960., I.M.M. Londres (1.960) 886-894.
- (120) Jones, J.Q. y De Jong, L.C. : Homestake-Sagin Partners uranium ore processing; en Milling Methods in the Americas; Gordon and Breach Sc. Pub. New York (1.964), 283-312.
- (121) Higgins, I.R. y Roberts, J.T. : Development of de Excer Process Part. I. USAEC, Report ORNL-1963 (1.956).
- (122) Muir, C.W.A. : The precipitation of double fluoride salts of uranium, en Unit Processes in Hydrometallurgy, Gordon and Breach, Sc. Pub., New York (1.964), 569-591.
- (123) Bunji, B., Zogovic, B., Crnojevic, R., Pacovic, N. y Secerov, M. : Industrial application of catalytic precipitation of uranium, Proc. III Int. Conf. PUAE, 12, Naciones Unidas, New York (1.964) 250-254.
- (124) Mindler, A.B. y Termini, J.P. : The Vital Role of Ion Exchange in Uranium Production. E/MJ (1.956) 157 (9) 100-114.
- (125) Spilliaert, P. : Extraction de l'uranium; Chem/Ind.-Genie Chimique (1.968), 101, (3) 298-316.
- (126) Ayres, D.E.R. y Westwood, R.J. : The use of the ion exchange process in the extraction of uranium from Rand ores with particular reference to practice at the Rand fontain Uranium plant, en Uranium in South Africa (1.946-1.956), a joint Symp Ass. Sci. and Tech. Soc. South Africa (1.957) 2, 85-147.
- (127) Edwards, I.E. y Smith, D.C. : Operation of the Bicraft Ion Exchange Circuit, CIM Bull (1.962) 55 (602) 733-738.
- (128) Baker, F.H. : The production of uranium ore concentrates at Rum Jungle. En Aust. Atomic Energy Symp. Melbourne Univ. Press., Melbourne (1.959), 59-66.

- (129) López Pérez, B., Uriarte, A. y Jodra, L.G. : Estudio en planta piloto de la recuperación del uranio de soluciones alcalinas con resinas intercambiadoras de anión. JEN, 31, JEN, Madrid (1957).
- (130) Painter, L.A. e Izzo, T.F. : Operation of the resin-in-pulp uranium processing mill at Moab, Utah; Proc. II UN Int. Conf. PUAF 3 (1.958), 383.
- (131) Urgell, M. Pérez Bustamante, J.A., Batuecas, T., de la Cruz, F. y Fdez. Callini, R. : Recuperación del uranio de soluciones de carbonato sódico mediante intercambio aniónico con resina DOWEX 1. En actas II Conf. Int. N.U. s UEAFF, Vol. 2. Materias primas, N.U. Ginebra (1.958) P/1416, 601-622.
- (132) Macchiaverna, E.G. : Elution de l'uranium par le carbonate d'ammonium et le bicarbonate de sodium; ~~5<sup>ème</sup>~~ Congr. Int. Preparation des Minerais. Cannes 1.963, S.I.M. Saint-Etienne (1.964) 242-255.
- (133) López Pérez, B., Uriarte, A., Jodra, L.G. : El cambio de ión y su relación con la industria. I Química de los cambiadores de ión. Química e Industria (1.958) 5, 43.
- (134) Kurdin, R., Gustafson, R.L., Isacoff, E.G. y Filling, H.F. : Ion exchange resins for uranium hydrometallurgy, E/MJ (1.969) 170 (7) 73-79.
- (135) Arden, T.V. : The recovery of uranium from sulphate leach solutions by anion exchange. En Extraction and Refining of the Rarer Metals, I.M.M., Londres (1.957) 119-142.
- (136) Estrada, J. y Uriarte, A. : Tratamiento de disoluciones de lixiviación de minerales de uranio en presencia de fosfatos. Comportamiento en las etapas de ajuste de pH, cambio de ión y precipitación de concentrados. Informe JEN-106, JEN, Madrid (1.962).
- (137) Marcus, Y. : Anion exchange of metal complexes : The uranyl phosphate system. Proc. UN Int. Conf. PUAE 3, United Nations. Ginebra (1.958), P/1605, 465-471.
- (138) Everest, D.A., Napier, E. y Wells, R.A. : Resin poisons in ion-exchange recovery processes. Proc. UN Int. Conf. PUAE 3, United Nations, Ginebra (1.958), P/101, 387-395.
- (139) Nugent, E.A. : The chemistry of the poisons associated with the ion exchange process. En Uranium in South Africa (1.946-1.956) a joint Symp. Ass. Sc. and Tech. Soc. South Africa (1.957) 2, 177-191.
- (140) Robinson, R.E. : The chemistry of the ion exchange process for the extraction of uranium from Rand leach liquors. En Uranium in South Africa (1.946-1.956) a joint Symp. Ass. Sci. and Tech Soc. South Africa (1.957) 2, 68-84.

- (141) Faure, A., Finney, S., Hart, H.P., Jordan, C.L., van Heerden, D., Viljoen, E.B., Robinson, R.E. y Lloyd, P.J.D. : Production of High-Purity Uranium at a South Africa gold mine. En Processing of Low-Grade Uranium Ores. IAEA, Viena (1.967) 119-141.
- (142) Uriarte, A., López, Pérez. B., Jodra, L.G. : El cambio de ión y su relación con la industria. II Métodos de cálculo de instalaciones. Química e Industria (1.958) 5, 229.
- (143) Dayton, S.H. : Why moving bed ion exchange system was selected. Mining World (1.959) 13 (2) 42-44.
- (144) Gilwood, M.E. : Saving Capital and Chemical with countercurrent ion exchange, C/E (1.967) 74 (26) 83-88.
- (145) Rosenbaum, J.B. y George, D.R. : Cost reduction in ion exchange processing of uranium ores (IAEA-SM-135/24). En The Recovery of Uranium, IAEA, Viena (1.971), 297-308.
- (146) Haines, A.K., Graig, W.M., Faure, A., Hendrikaz, A.R., Wille, W.J. y Nicol, D.I. : The use of weak-base resins in the recovery of uranium from unclarified liquors. Comunicacion P.32 al XI. Int. Min. Processing C. Cagliari (1.975).
- (147) Hollis, R.F. y Mc Arthur, C.H. : The resin-in-pulp method for recovery of uranium. Mining Engng (1.957) 9 (4) 442.
- (148) Garbella, E.J. : The Split Rock Mill, Western Nuclear Inc. Denver Bull No. M4-B-131. Deco-Trefoil, (1.967) 31 (3) 11-22.
- (149) Black, K.L. et al. : Design and operation of a uranium processing mill using liquid ion exchange (solvent extraction). Proc. II. UN Int. Conf. PUAE 3 (1.958) 488.
- (150) Vera, J. y Bellido, A. : Eliminación de emulsiones estables en la extracción de uranio en medio alcalino con cloruro de cetil-dimetil bencilamonio. Anales RSEFQ (1.970) B-66 (1) 31-
- (151) Faure, A. y Tunley, I.H. : Uranium recovery by liquid-liquid extraction in South Africa (IAEA-SM-135/30). En The Recovery of uranium, IAEA, Viena (1.971) 241-251.
- (152) Lucas, B.H., Ritcey, G.M. : Use of additives to reduce solvent losses in a uranium solvent-in-pulp process, CIM Bull (1.975) (6) 95-102.
- (153) Vermeulen, L.W. : Recovery of thorium from uranium solutions, J. Metals (1.966) 18 (1) 22-25.
- (154) Brown, K.B., Coleman, C.F., Crouse, D.J., Blake, C.A. y Ryon, A.D. Solvent extraction processing of uranium and thorium ores. En Proc. II Int. Conf. PUAE 3. United Nations, Ginebra (1.958) P/509, 472-487.



- (155) Coleman, C.F. : Amines as extractants. Nucl. Sc. a. Engng. (1.963) 17, 274-286.
- (156) Mouret, P., Sialino, E., Sugier, P. y Vial, J. : Perfectionnements étudiés en laboratoire à la reextraction-séparation de l'uranium et du molybdène de solvant organique par le carbonate d'ammonium (IAEA-SM-135/5). En The Recovery of Uranium, IAEA, Vienna (1.971) 253-266.
- (157) Mayburgh, B.G. : The design, erection and operation of a Purlex plant at Buffelsfontein Gold Mining Co. Ltd. J. South African, I.M.M. (1.970) 71 (3) 55-66.
- (158) Garbella, E.J. : The Petrotonics Company. Shirley Basin, Wyoming. Denver Bull No. M4-8-136. Deco-Trefoil (1.968), 32 (4), 11-18.
- (159) Blake, C.A. Jr., Baes, C.F. Jr, Brown, K.B., Coleman, C.F. y White, J.C. : Solvent extraction of uranium and other metals by acidic and neutral organophosphorus compounds. Proc. II Int. Conf. PUAE 3, United Nations, Ginebra (1.958) P/1550, 289-298.
- (160) Rosenbaum, J.B., Borrowman, S.R. y Clemmer, J.B. : Solvent extraction for recovering uranium and vanadium from salt-roast-process solutions. Proc. II Int. Conf. PUAE 3, United Nations, Ginebra (1.958), P/501, 505-509.
- (161) Ross, R.C. : Uranium recovery from phosphoric acid nears reality as a commercial uranium source. E/MJ (1.975), 176 (12) 80-85.
- (162) Kertes, A.S. : The chemistry of the formation and elimination of third phase in organophosphorus and amine extraction systems. The Hebrew University. Jerusalem (1.966).
- (163) Warwick, G.C.I. y Schuffman, J.B. : The design of mixer settlers for metallurgical duties. Int. Symp. Solvent Extraction in Metallurgical Processes. Tech Instituut K. Viv, Amberes (1.972) 36-43.
- (164) Thunæs, A. : Pulsed columns from aqueous solutions and slurries. Proc. IX Common Wealth Mining and Metallurgical Congress, 1.969, I.M.M. Londres (1.970) 81-93.
- (165) Tsivoglou, E.C., O'Connell, R.L. : Waste guide for the uranium milling industry. R.A. Taft Sanitary Engng Center, Cincinnati (1.962).
- (166) Ryan, R.K. y Alfredson, P.G. : Laboratory studies of the treatment of liquid waste streams from uranium milling operations. Proc. Australas. I.M.M. (1.975) (253) 25-34.
- (167) Iveter, E.C. y Mc Quiston, F.W. Jr. : Plant practice in sulfide mineral flotation. En Froth Flotation 50 th Anniversary volume A.I.M.E. New York (1.962), 382-426.

- (168) Rogers, J. : Principles of sulfide minerals flotation. En Froth flotation, 50th anniversary volume A.I.M.E., New York (1.962) 139-169.
- (169) Bean, J.J. : The leach, precipitation, flotation method at Miami Copper Comp. Colorado School of Mines Quarterly, 56 (3).
- (170) Bitzer, E.C. : Cementation-in-pulp of copper leach liquors— an attractive route to copper extraction, E/MJ (1.974) 175 (10) 72-78.
- (171) Piedboeuf Ch, Suys F. : Commandes et contrôles centralisés d'une nouvelle usine hydrométallurgique en Katanga; 8<sup>ème</sup> Congr. Int. Preparation des Minerais. Cannes 1.963, S.I.M. Saint Etienne (1.964) 880-895.
- (172) Argall, G.O. Jr. : Leaching dumps to recover more South west copper at lower cost. Mining World (1.963) 17 (10) 22-27.
- (173) Malouf, E.E. : Current Copper leaching practices Mining Engng (1.972) 27 (8) 58-60.
- (174) Van Arsdale, G.D. : Hidrometalurgia de metales comunes, UTEHA, Mexico (1.965).
- (175) Lower, G.W. y Booth, R.B. : Recovery of Copper by Cyanidation. Mining Engng (1.965) 18 (11) 56-60.
- (176) Anderson, T.N., Wright CN y Richards, K.J. : Important electrochemical aspects of electrowinning copper from acid leach solutions. En Int. Symp. on Hydrometallurgy, AIME, New York (1973) 171-202.
- (177) ————— : Direct electrowinning promises a cheaper route to copper, C/E (1.976) 83 (7), 78.
- (178) Monninger, F.M. : Precipitation of copper on iron. Mining Congress J. (1.963), , (10) 48-51.
- (179) Spedden, H.R., Malouf, E.E. y Prater, J.D. : Cone-type precipitators for improved copper recovery. J. Metals (1.966) 18, 1137-1141.
- (180) Nadkarni, R.M. y Wadsworth, M.E. : Kinetic study of the cementation of copper with iron. En Advances in Extractive Metallurgy, IMM, Londres (1.968), 918-941.
- (181) Balberyszski T e Ibagor, L.S. : Optimization of process parameters for a continuous copper cementation system. En Int. Symp. Hydrometallurgy. AIME, New York (1.973) 1095-1124.
- (182) Jacobi, J.S. : The recovery of copper from dilute process streams. En Unit processes in hydrometallurgy. Gordon and Breach. New York (1.964) 617-644.

- (183) Regife, J.M. : Recuperación de cobre por extracción con disolventes. Rev. Metalurgia (1.970) 6 (2), 134-142.
- (184) Merigold, C.R., Agers, D.W. y House, J.E. : LIX-64-N. The recovery of copper from ammoniacal leach solutions. Proc. Int. Solvent Extraction Conf. 1.971. Soc. Chem. Ind. Londres (1971) 2, 1351-1355.
- (185) Power, K.L. : Operation of the first commercial liquid ion-exchange and electrowinning plant. Proc. Int. Solvent Extraction Conf. 1.971. Soc. Chem. Ind. Londres (1.971) 2, 1409-1415.
- (186) Agers, D.W. y Dement, E.R. : The evaluation of new LIX reagents for the extraction of copper and suggestions for the design of commercial mixer-settler plants. Int. Symp. Solvent Extraction in Metallurgical Processes. Tech Institut K. Viv, Ambarès (1.972), 27-35.
- (187) Milligan, D.A. y Moyer, H.R. III : Cristallization in the copper sulphate sulphuric acid-water system. E/MJ (1.975) 176 (10), 85-89.
- (188) Ramos, L. y Regife, J.M. : Recuperación de uranio mediante extracción con aminas a partir de minerales de uranio-cobre. S.E.E.A. Actas Colloque d'Extraction par Solvent, JEN, Madrid (1.960).
- (189) Josa, J.M., Guillen, J.M., Gasós, P. y Jodra, L.G. : Estudio de laboratorio del beneficio del mineral de uranio y cobre de Santa María de la Cabeza; en Actas II Conf. Int. UEAPP, Vol. 2 Materias Primas, N.U. Ginebra (1.958), P/1411, 499-515.
- (190) A. Arribas : Mineralogía y metalogénia de los yacimientos españoles de uranio, La Virgen, Andújar (Jaén). Estudios Geológicos (1.963) 29 (12) 15-31.
- (191) Arteaga, R. y Martín-Delgado, J. : Investigación y explotación de la mina "La Virgen". II Jornadas Nac. Minero Metallúrgicas. AS, Nac. Ing. Minas, Madrid (1.966) II, 75-88.
- (192) \_\_\_\_\_ : How to determine crusher and grinding mill sizes accurately. Allis Chalmers, Wisconsin (1.953).
- (193) Rowland, C.A. Jr. : Comparison of work indices calculated from operating data with those from laboratory test data. Thenth Int. Min. Processing Cong. 1.973. IMM. Londres (1.974), P/36, 47-61.
- (194) Denver Eq. Comp. : Handbook. Denver Eq. Co., Denver (1.955), 706.
- (195) Gasós, P. : Normas ensayos de molienda. Informe interno, DM-SPP, 2/20/62. JEN, Madrid (1.962).
- (196) Vian, A. : Desintegración mecánica de sólidos. En Elementos de Ingeniería Química, Aguilar, Madrid (1.957), 293-299.
- (197) Coe, H.S. y Clevenger, G.H. : Methods for determining the capacities of slime settling tanks. Trans. AIME (1.916) 55, 356.

- (198) Kynch, G.J. : A theory of sedimentation. Trans. Faraday Soc. (1.952) 48, 166-176.
- (199) Talmage, W.P. y Fitch, E.B. : Determining Thickener Unit Areas. I/EC (1.955) 47, 38.
- (200) Fitch, H. : Batch test predict thickener performance, C.E. (1971) 78 (19) 83-88.
- (201) Couche, R.A. y Goldney, L.H. : The design of continuous thickeners for flocculated materials. Proc. Australas. IMM (1.959) 191, 117-139.
- (202) Robert, E.J. : Thickening - Art or science. Trans AIME (1.949), 184, 61-64.
- (203) López Pérez, B. : Estudio sobre el tratamiento por cambio de ión de las disoluciones de lixiviación ácida de los minerales españoles de uranio. Tesis doctoral. Univ. Complutense, Madrid (1.955).
- (204) Kaufman, D. y Lower, G.W. : A Summary Report on the Ion Exchange Progress for the Recovery of Uranium, USAE Report, ACCO-68 (1.954).
- (205) Kunnin, R. y Fisher, S. : Routine Exchange Capacity Determinations of Ion Exchange Resins, Analytical Chemistry, 27, 1191 (1.955).
- (206) Pryor, E.J. : An Introduction to Mineral Dressing. Mining Publications Ltd, Londres (1.955), 622.
- (207) Nixon, J.C. y Moir, D.N. : The Assessment of Flotation Results. Trans. I.M.M., Londres (1.957) 66, 453-469.
- (208) Hernández, B.R. y Suárez del Rey, J.R. : Sobre los métodos espectrofotométricos para determinar uranio en muestras con gran contenido en impurezas. Comunicación a la XI Bienal R.S.E.F.Q. Bilbao (1.963).
- (209) Charlot, G. : Les Methodes de la Chimie Analytique; Masson et Cie. París (1.961), 4ª edición, 738.
- (210) Ging N.S. An. Chem. (1.956), 28, 1330.
- (211) Kolthoff, J.M. y Sandell, E.B. : Química Analítica Cuantitativa. Editorial Nigar. Buenos Aires (1.960), 4ª edición, 931.
- (212) De Sesa, M.A. : Alkalimetric Determination of Free Acid. En Raw Materials Development Laboratory Handbook of Analytical Methods. U.S.A.E.C., TID-7002, Winchester (1.957) 9-11.
- (213) Acidité Libre dans les Solutions Contenant des Ions Hydrolysables. Informe CEA-39, C.E.A., París (1.962).

- (214) De Sesa, M.A. : Acid Consumption. En Raw Materials Development Laboratory Handbook of Analytical Methods. U.S.A.E.C., TID - 7002, Winchester (1.957), 12-13.
- (215) Pinkney, E.T. : A review of Uranium Leaching Practice in South Africa, en Uranium in South Africa, 1.946-1.956, S.A. Technical Societies of South Africa. Johannesburg (1.957) 2, 57.
- (216) Merino, J.L. y Rodríguez, B. : Determinación de Acidez Libre en Soluciones de Lixiviación Sulfúrica y Consumo de Ácido. J.E.N. - S.T.M. R.14.66., Junta de Energía Nuclear, Madrid (1966).
- (217) Gore, W.L. : Métodos Estadísticos para Experimentación Química y Tecnológica. Tecnos. Madrid. (sf).
- (218) Brownlee, K.A. : Industrial Experimentation. Chemical Publishing Co. New York (1.953).
- (219) Davies, G.L. : Métodos Estadísticos. Aguilar, Madrid (1.960).
- (220) Brownlee, K.A. : Statistical Theory and Methodology in Science and Engineering, John Wiley. New York (1.960).
- (221) Bennet, C.A. y Franklin, N.L. : Statistical Analysis in Chemistry and the Chemical Industry, John Wiley. New York (1.954).
- (222) Volk, W. : Applied Statics for Engineers, Mc. Graw-Hill. New York (1.958).
- (223) Gasós, P. : Programa para el Cálculo de Medias y Desviaciones Típicas, XS-01, JEN, Madrid (1.964).
- (224) Gasós, P. : Programa de Factoriales  $2^n$ ,  $F 2N^n$ . JEN, Madrid (1.965).
- (225) Gasós, P. : Programas para Ajustes de Rectas, JEN, Madrid (1.965).
- (226) Davies, G.L. : The Design and Analysis of Industrial Experiments. Oliver and Boyd. London (1.956).
- (227) Kempthorne, O. : The Design and Analysis of Experiments. John Wiley, New York (1.952).
- (228) Fisher, R.A. y Yates, F. : Tablas Estadísticas. Aguilar, Madrid (1.954).
- (229) Avellanas, P. : Matemáticas (explicaciones de cátedra). Escuela de Estadística. Universidad Complutense, Madrid (1.961-1.962).

- 230) Thompson, R.B. y Roesser, G. : Fluid-Bed Roasting-Principles and Practice. En Extraction Metallurgy of Copper, Nickel and Cobalt. Interscience Publisher, New York (1.961), 3-32.
- 231) Bond, F. : Mathematics of crushing and grinding. En Recent Development in Mineral Dressing. IMM. Londres (1.953), 101-115.
- 232) Escudero, E. : Precipitación de alúidos de cambio de ión. Informe interno, DM 2/28/62. JEN. Madrid (1.962).
- 233) Testut, R.J. : La preparation des mineraís (première partie). Document S.I.M., L-1. Rev. Ind. Min. nº especial (15 Dic'58), 96.
- 234) Taggart, A.F. : Handbook of Mineral Dressing, sexta impresión John-Wiley + Sons Inc. New York, 1.956, 19-200.